

UNIVERSITE DE MONTPELLIER

FACULTE DES SCIENCES

THESE

présentée à la Faculté des Sciences de Montpellier
pour obtenir le grade de Docteur ès Sciences Physiques

MISE EN EVIDENCE DES TRANSFORMATIONS DANS L'ETAT SOLIDE
PAR MESURE DE LA VARIATION DE LA CONDUCTIBILITÉ THERMIQUE.

APPLICATION A L'ETUDE DE LA TRANSFORMATION EUTECTOÏDE
D'UN ACIER AU CARBONE.

par

Joseph GARCIA

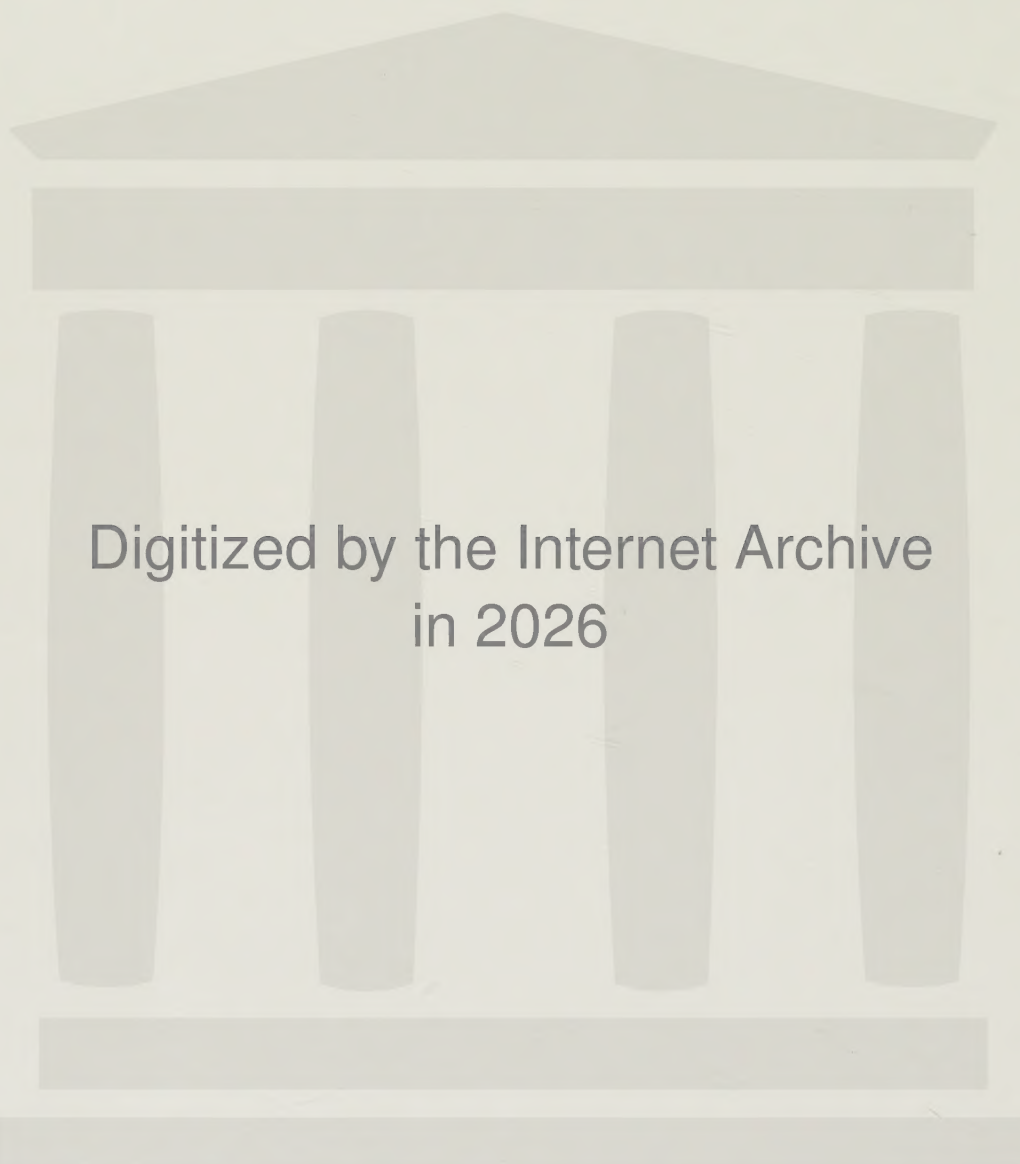
Licencié ès Sciences

Ingénieur Métallurgiste C.N.A.M.

Maître Assistant à la Faculté des Sciences

Soutenue le 1968 devant la Commission d'Examen.

Jury :	M. POTIER,	Président
	M. MAURIN,	} Assesseurs
	M. TOURNÉ,	
	M. SILBER,	} Invités
	M. TALBOT,	



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41555624_0023

UNIVERSITE DE MONTPELLIER

FACULTE DES SCIENCES

T H E S E

présentée à la Faculté des Sciences de Montpellier
pour obtenir le grade de Docteur ès Sciences Physiques

MISE EN EVIDENCE DES TRANSFORMATIONS DANS L'ETAT SOLIDE
PAR MESURE DE LA VARIATION DE LA CONDUCTIBILITÉ THERMIQUE.

APPLICATION A L'ETUDE DE LA TRANSFORMATION EUTECTOÏDE
D'UN ACIER AU CARBONE.

par

Joseph GARCIA

Licencié ès Sciences

Ingénieur Métallurgiste C.N.A.M.

Maître Assistant à la Faculté des Sciences

Soutenue le 1968 devant la Commission d'Examen.

Jury :	M. POTIER,	Président
	M. MAURIN,	} Assesseurs
	M. TOURNÉ,	
	M. SILBER,	} Invités
	M. TALBOT,	



M. M. MOUSSERON.....	Chimie Organique
M. L. EMBERGER.....	Botanique
M. J.P. ROIG.....	Physique
M. P. CHATELAIN.....	Minéralogie & Cristallographie
Melle O. TUZET.....	Zoologie
Melle G. CAUQUIL.....	Chimie Organique
M. G. COUCHET.....	Mécanique Supérieure
M. J. SALVINIEN.....	Chimie-Physique
Melle A. M. VERGNOUX.....	Physique
M. J. AVIAS.....	Géologie
M. P. VIELES.....	Chimie
M. J. RABINOVITCH.....	Physique (C.S.U. P.)
M. E. KAHANE.....	Chimie Biologique
M. J.J. MOREAU.....	Mécanique Rationnelle
M. B. CHARLES.....	Mathématiques Pures
M. J. MOTTE.....	Biologie Végétale
M. R. JOUTY.....	Physique
M. P. DUMONTET.....	Physique
M. R. LEGENDRE.....	Zoologie
M. I. ASSENMACHER.....	Physiologie Animale

M. A. CASADEVALL	Chimie Organique
M. B. PISTOULET	Physique
M. Ch. ROUMIEU	Analyse Supérieure
M. J. ROBIN	Physique
M. A. POTIER	Laboratoire des Acides Minéraux
M. R. LAFONT	Physique
M. R. JACQUIER	Chimie
M. J. FALGUEIRETTES	Minéralogie
M. J. REGNIER	Chimie
Mme J. CHARLES	Mathématiques
M. P. CAILLON	Physique
M. J. ROUZAUD	Chimie
M. Ch. SAUVAGE	Botanique
M. H. CHRISTOL	Chimie (E.N.S.I.)
Mme G. VERNET	Biologie Animale
M. L. CECCHI	Physique
M. H. ANDRILLAT	Astronomie
M. M. SAVELLI	Physique
M. M. MATTAUER	Géologie
M. L. EUZET	Zoologie(C.S.U. P)
M. C. DELOUPY	Physique
M. L. GRAMBAST	Botanique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

Mme M.L de POUQUES	Botanique (C.S.U. P)
M. P. MURAOUR	Géophysique Appliquée
M. G. TOURNE	Chimie
M. J. REMY	Géologie
M.P. DEMANGEON	Géologie
M. A. BONNET	Botanique
Mme S. ROBIN	Physique
Mme Ch. DUBOUL-RAZAVET	Géologie (C.S.U P)
M. E. GROUBERT	Physique
Mme H. GUASTALLA	Biologie Physico-Chimique

M.G. LAMATY Chimie
M. F. PROUST Géologie
Melle A. BAILLETTE Mathématiques (C.S.U. P)
M.A. BASSOMPIERRE Physique
M. R. MARTY Psycho-Physiologie
M. M. MAURIN Chimie
M. N. ROBIN..... Mathématiques
Mme N. PARIS Physiologie Végétale

PROFESSEURS ASSOCIES

M. E. AKUTOWICZ Mathématiques
M. A. MICALI Mathématiques
M. C. VAGO Biologie Animale
M. K. KOHLER Biochimie

MAITRES DE CONFERENCES

M. R. GAUFRES..... Chimie
M. J.J. SOULIER Chimie (C.S.U. P)
M. J. PARIS Zoologie
M. P. MOLINO Mathématiques
M. G. BOUGNOT Physique
M. Y. GUITTON Physiologie Végétale (C.S.U. P)
M. F. BOMBRE Physique (C.S.U. P)
M. C. PUISSEGUR Biologie Animale (C.S.U. P)
M. P. VIALLET Chimie (C.S.U. P)
M. L. THALER Géologie
M. J. LEGRAND Physiologie Animale
M. M. ROUZEYRE Physique
M. P. SABATIER Mathématiques
M. Ch. CASTAING Mathématiques (C.S.U. P)

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

CHARGES D'ENSEIGNEMENT

M. M. LEFRANC Mathématiques
M. A.STURER Mathématiques
M. C. BENZAKEN Mathématiques
Melle Ch. BARBANCE Mathématiques

Je tiens, en premier lieu, à exprimer toute ma profonde et respectueuse gratitude à Melle le Professeur Cauquil. Alors qu'elle avait la responsabilité du certificat de Métallurgie, elle n'a pas ménagé sa peine pour obtenir mon détachement de l'enseignement technique à l'enseignement supérieur ; elle m'a ainsi donné la possibilité de préparer le doctorat. Par ailleurs elle a toujours mis à ma disposition, avec une grande bienveillance, tous les moyens de son laboratoire.

Ce travail a été effectué au laboratoire de Chimie Minérale de la Faculté des Sciences de Montpellier sous la direction de M. le Professeur Silber. Je le remercie sincèrement de sa bienveillante attention et de ses conseils. Outre sa compétence, j'ai particulièrement apprécié ses qualités profondément humaines d'enseignant et de directeur de recherches.

Ma reconnaissance va également à M. le Professeur Maurin qui m'a apporté son aide après le départ de M. le Professeur Silber à Paris.

Je remercie M. Talbot, Professeur à la Faculté des Sciences de Paris et Directeur adjoint de l'E.N.S.C.P., qui non seulement a accepté de faire partie de ce jury mais de plus a bien voulu lire ce travail, me faire part de ses remarques ce qui m'a amené à préciser certains points, et me donner le second sujet.

Mes remerciements s'adressent aussi à M. le Professeur Tourné qui m'a toujours fourni toute aide nécessaire.

Je suis reconnaissant à M. le Professeur Potier d'avoir accepté de présider le jury de cette thèse.

Que tous mes camarades, aussi bien de la Faculté que du C.E.A. ou de l'Industrie, trouvent ici mes vifs remerciements pour l'aide qu'ils m'ont apportée.

INTRODUCTION

Les méthodes usuelles pour déterminer des points de transformation réversible dans les solides, analyse thermique ou dilatométrie par exemple, sont des méthodes dynamiques qui imposent à une éprouvette de la substance étudiée, une variation de température en fonction du temps. Or, on sait que dans l'état solide les transformations sont souvent sujettes à des retards et qu'alors, elles se décèlent avec un retard apparemment d'autant plus accusé que la vitesse de variation de la température est elle-même plus grande. Il s'ensuit que lors d'un cycle de chauffage et de refroidissement, une transformation donnée présente souvent une hystérésis qui, dans certains aciers par exemple, peut atteindre plusieurs centaines de degrés. Les indications fournies alors par les méthodes thermiquement dynamiques ne permettent guère qu'une délimitation d'un domaine de température à l'intérieur duquel se situe le point de transformation. Nous avons cherché à éviter l'hystérésis par la mise en oeuvre d'une méthode thermiquement statique basée sur la détermination de la variation de la conductibilité thermique qui résulte de la transformation.

Chapitre I

A/ PRINCIPE DE LA METHODE

1- Conductibilité calorifique - Cas de la barre homogène en régime permanent

Le solide est supposé formé d'une barre prismatique, de section S et de longueur l , dont une extrémité est maintenue à la température T_1 et l'autre à la température T_2 ($T_1 > T_2$) à l'aide de deux sources de chaleur, chacune à température constante. La barre est calorifugée de manière à ce que la chaleur perdue par les parois soit négligeable. Dans ce cas, les surfaces isothermes sont des sections droites de la barre. En régime permanent ces surfaces isothermes sont fixes et

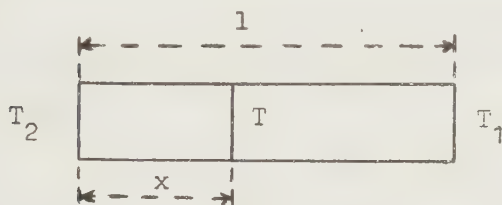


Fig.1

elles sont traversées par la même quantité de chaleur par seconde P à un abscisse quelconque x . En prenant pour origine des abscisses l'extrémité froide de la barre (Fig. 1), le coefficient de conductibilité

thermique k , en x et à la température T , est donné par la formule :

$$k = P \cdot \frac{1}{S} \cdot \frac{dx}{dT}$$

d'où :

$$\frac{dT}{dx} = \frac{1}{k} \cdot P \cdot \frac{1}{S}$$

$\frac{dT}{dx}$ est la pente de la courbe $T = f(x)$ au point x, T . Désignons la par p . P étant constant, ainsi que S , il vient :

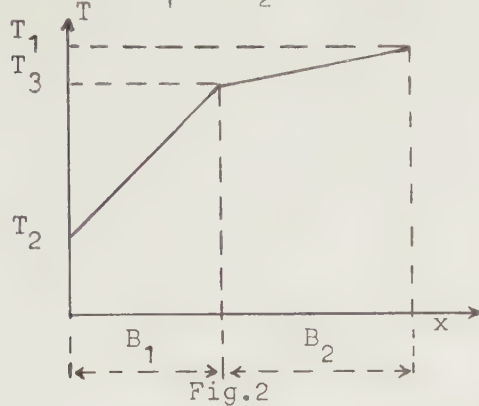
$$p = \frac{A}{k} \quad \text{avec } A = \frac{PS}{S}$$

Nous voyons que si k est constant en fonction de la température p est également constant et la courbe $T = f(x)$ est une droite allant de T_2 pour $x = 0$ à T_1 pour $x = l$.

2- Juxtaposition de barres d'égale section mais de nature différente

Soient deux barres B_1 et B_2 , de conductibilité calorifique

respective k_1 et k_2 , placées bout à bout. En régime permanent et dans



le cas d'une jonction idéale sans pertes, l'écoulement calorifique est le même en tout point de l'ensemble. Avec $k_2 > k_1$, la courbe $T = f(x)$ aura l'allure schématisée par la Fig.2. On peut donc, d'après cette courbe, déterminer le point de jonction.

3- Barre constituée par un matériau présentant une transformation cristalline réversible

3-1 Transformation allotropique

Soit un métal présentant une transformation allotropique à la température T_3 , une forme α étant stable au-dessous de T_3 et une forme au-dessus.

Si l'extrémité froide de la barre est à une température $T_2 < T_3$ et l'extrémité chaude à une température $T_1 > T_3$, nous trouverons successivement les deux phases le long de la barre avec passage brusque de la phase α à la phase β à la température T_3 .

Cette barre unique se comporte donc comme un assemblage de deux barres distinctes et la courbe $T = f(x)$ aura l'allure donnée par la figure 2. L'ordonnée de la brisure des deux segments de droite sera la température de transformation T_3 .

Le résultat sera évidemment le même pour tout alliage qui se transforme entièrement à température constante, comme par exemple un alliage eutectoïde.

3-2 Domaine de transformation

Avec un alliage présentant un intervalle de transformation, on peut avoir par exemple :

à la température ambiante :	phase α
" " " T_3	: début de la transformation $\alpha \rightarrow \beta$
" " " T_4	: fin " " " $\alpha \rightarrow \beta$
au-dessus de T_4	: phase β

Entre T_3 et T_4 les deux phases $\alpha + \beta$ sont en présence, la proportion de β variant de façon continue depuis 0 jusqu'à 100 % quand la température passe de T_3 à T_4 .

Si l'extrémité froide de la barre est à une température $T_2 < T_3$ et l'extrémité chaude à une température $T_1 > T_4$ trois zones distinctes se succèdent le long de l'éprouvette (Fig.3) :

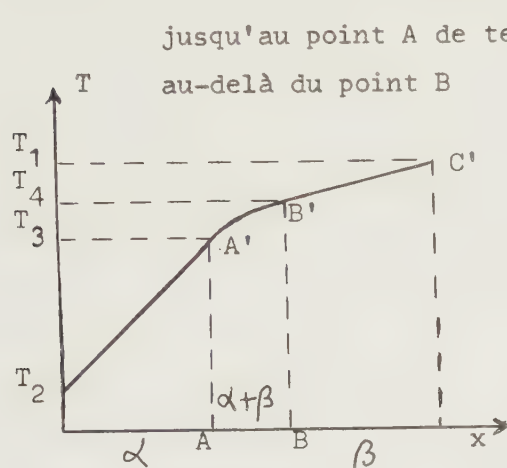


Fig.3

La courbe représentative $T = f(x)$ comportera elle aussi trois parties distinctes : un segment de droite T_2A' de pente p_1 , un deuxième segment de droite $B'C'$ de pente différente p_2 et, entre ces deux segments, une courbe les raccordant et dont la pente varie de façon continue depuis p_1 en A' jusqu'à p_2 en B' .

Il est évident que dans ce cas il sera plus difficile de déterminer, d'après la courbe, les températures T_3 et T_4 car il n'y aura pas ici de brisure nette comme dans le premier cas envisagé. Dans la pratique cette difficulté sera d'ailleurs accrue, d'une part parce que le coefficient de conductibilité thermique n'est pas en général constant en fonction de la température et, d'autre part, parce que les pertes radiales sont affaiblies par l'isolant mais non totalement éliminées. Ces deux facteurs font que les portions T_2A' et $B'C'$ de la courbe ne seront pas des segments de droite mais des arcs de courbe, ce qui rendra encore moins net le changement de courbure en T_3 et T_4 .

4- Conclusions

En principe, on doit pouvoir déterminer les points de transformation dans un solide en enregistrant, de façon continue, la température le long d'une génératrice d'une éprouvette dont les températures des extrémités encadrent ces transformations. En laissant le régime permanent établi pendant un temps suffisamment long, la transformation devrait théoriquement atteindre sa température d'équilibre thermodynamique,

ce qui constituerait un avantage par rapport aux méthodes usuelles de détermination des points de transformation.

Il se peut que cette température d'équilibre thermodynamique ne puisse pas être atteinte. C'est par exemple le cas lorsque la transformation s'accompagne d'une variation de volume. Considérons la transformation $\text{fer } \gamma \rightarrow \text{fer } \alpha$. Dans la matrice de fer γ apparaissent des germes de fer α avec augmentation de volume. Cela crée des tensions internes et des déformations aussi bien dans la matrice que dans les germes. La transformation se trouve bloquée jusqu'à ce que la différence entre les énergies libres correspondant au fer γ et au fer α soit devenue suffisante pour vaincre le travail mécanique de ces tensions. K. Honda (1) et ensuite E. Houdremont et O. Krisement (2) ont calculé le retard à la transformation, et par suite l'hystérésis, engendré par ce phénomène dans le cas du fer pur.

P. Lehr (3) a établi expérimentalement par dilatométrie qu'une éprouvette de fer pur, partiellement transformée, pouvait être maintenue pendant plusieurs heures à différentes températures, à l'intérieur d'un certain domaine thermique, sans qu'aucune évolution de la transformation soit constatée, bien qu'il y ait coexistence des deux phases α et γ .

Ceci nous laisse entrevoir que dans une éprouvette de conductibilité thermique, dont les températures des extrémités encadrent la température de transformation, le front de la partie transformée peut ne pas atteindre la température d'équilibre thermodynamique, même après un très long maintien en régime permanent. Mais c'est malgré tout par cette méthode que l'on devrait approcher le plus cette température d'équilibre thermodynamique puisque le retard à la transformation dû à la variation de la température est supprimé.

B/ ESSAIS PRELIMINAIRES

Dans une étude antérieure (4) nous avons enregistré une courbe $T = f(x)$ correspondant au cas envisagé plus haut, de la juxtaposition de barres d'égale section mais de nature différente.

1- Méthode expérimentale

1-1 Eprouvette

Dans le sens de la longueur une première moitié de l'éprouvette cylindrique était en acier et la deuxième en aluminium. Pour réa-

liser la jonction des deux métaux l'aluminium avait été coulé et, au contact de la demi-éprouvette en acier, il s'était formé une mince couche de Al_3Fe avant la solidification de l'aluminium.

Pour cette éprouvette la courbe $T = f(x)$ a été établie à l'aide de l'appareil de Ranque et Chaussain (5).

1-2 Principe de l'essai Ranque et Chaussain

La figure 4 schématise le montage. La base de l'éprouvette est vissée dans un bloc de laiton parcouru intérieurement par un courant d'eau. La tête est coiffée par un petit four électrique.

Un wattmètre permet de mesurer la puissance électrique consommée par le four et par suite la puissance calorifique qui s'écoule par l'éprouvette.

L'éprouvette et le four sont noyés dans un isolant thermique (terre d'infusoires) pour rendre négligeables les pertes latérales de chaleur.

Un thermocouple se déplace dans le canal de l'éprouvette. Il est entraîné par une vis à crémaillère, actionnée à la main. On repère ainsi la distance x , à partir de la base de l'éprouvette, à laquelle on mesure la température. Quand le régime permanent est établi le relevé des températures point par point, le long de l'éprouvette, permet de construire la courbe $T = f(x)$ d'où l'on déduit le coefficient de conductibilité thermique k .

Dans notre cas le relevé des températures par points ne donnait pas satisfaction car nous nous proposons de mesurer les variations de conductibilité thermique le long d'une éprouvette qui, comme nous l'avons vu, comportait trois parties différentes dont l'une de très faible épaisseur. Un enregistrement continu des températures s'imposait et nous avons apporté les modifications nécessaires pour l'obtenir.

2- Rappel des résultats

La figure 5 représente la courbe obtenue.

Cet enregistrement montre de façon très nette les trois zones de l'éprouvette : acier - Al_3Fe - aluminium. D'après cette courbe

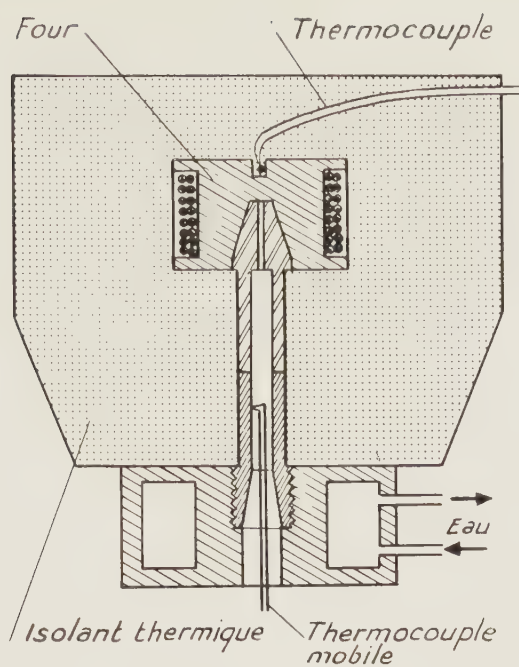


Fig 4 — Schéma de l'essai Ranque et Chaussain pour la mesure de la conductibilité thermique.

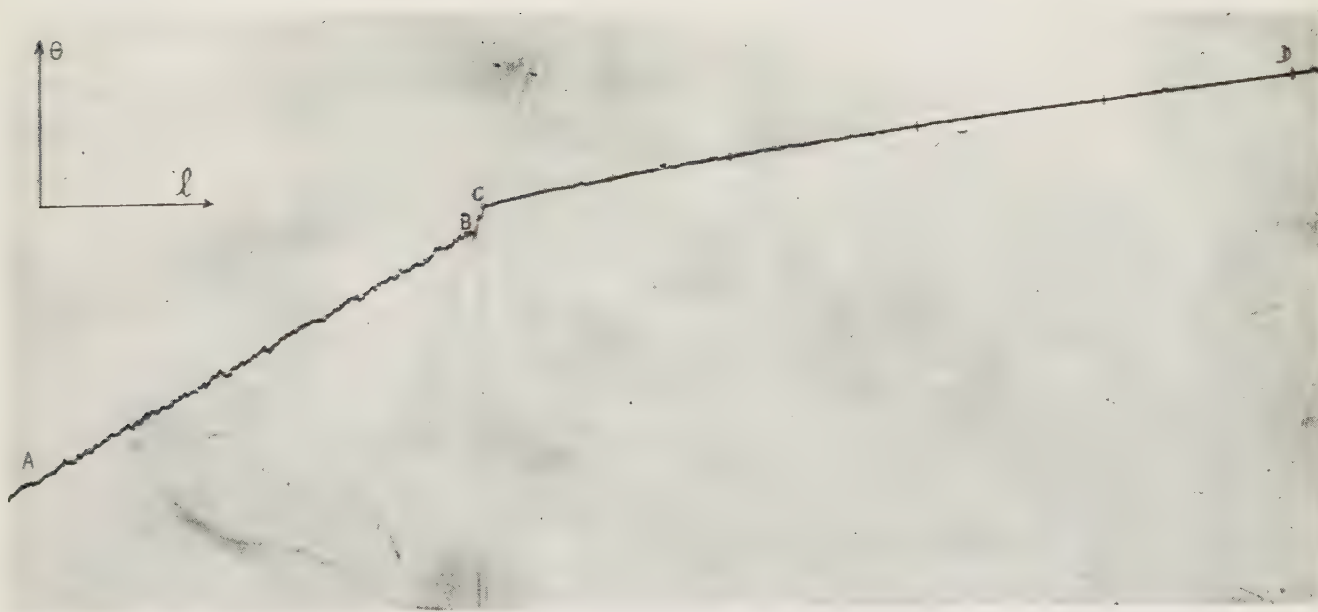


Fig 5 — Courbe de conductibilité thermique ; la partie AB se rapporte à l'acier ; la partie BC à la couche intermédiaire de Al_3Fe ; la partie CD à l'aluminium.

la couche de Al_3Fe a une épaisseur de 0,15 mm, ce qui a été confirmé par examen micrographique. Le point de passage d'un matériau à l'autre est donc donné avec une grande précision.

C'est ce résultat qui nous fait espérer que cette méthode est applicable à la détection des points de transformation.

3 - Discussion des possibilités de la méthode

Pour que cette méthode soit valable il faut que les changements de pente soient nettement décelables sur la courbe $T = f(x)$ enregistrée. Sur la courbe obtenue avec l'assemblage acier-aluminium (fig.5) on voit très bien le passage d'une zone à l'autre, mais nous avons là de grandes différences de conductibilité thermique. La brisure en B, due au passage de l'acier au composé Al_3Fe , correspond à une variation de la conductibilité thermique de 0,1 cal/cm.s.°C (acier) à 0,019 cal/cm.s.°C (Al_3Fe) soit une variation de 526 % par rapport à la plus faible valeur. La brisure en C, due au passage du composé Al_3Fe à l'aluminium, correspond à une variation de 0,019 cal/cm.s.°C à 0,19 cal/cm.s.°C (Al contenant une forte proportion de Al_3Fe) soit une variation de 1000 % par rapport à la plus faible valeur.

Pour les constituants de l'acier eutectoïde juste avant et après la transformation eutectoïde cette variation est bien moindre. Par extrapolation nous avons trouvé à partir des données de la bibliographie (6), à 725°C, 0,0705 cal/cm.s.°C pour la perlite et 0,054 cal/cm.s.°C pour l'austénite. Cette transformation entraîne donc une variation de 30 % par rapport à la plus faible valeur. Il faut donc s'attendre à ce que les changements de pente soient beaucoup moins nets que dans la figure 5. Une méthode différentielle devrait permettre de remédier à cet inconvénient.

D'autre part, pour essayer d'atteindre l'équilibre thermodynamique il faut maintenir l'éprouvette à une température élevée pendant un temps très long. Pour éviter une oxydation trop importante il faut envisager d'effectuer l'essai sous vide.

Enfin pour supprimer les irrégularités de la partie AB de la courbe (fig.5) qui sont dues aux aspérités de la surface de l'éprouvette sur laquelle se déplace la tête du thermocouple, il faut que cette

surface soit parfaitement polie. Ce polissage n'est réalisable que sur la surface extérieure de l'éprouvette et ceci impose que le thermocouple se déplace à l'extérieur de l'éprouvette et non à l'intérieur.

Pour ces différentes raisons nous n'avons pas pu utiliser l'appareil de Ranque et Chaussain pour la détermination des points de transformation et nous avons dû construire un nouvel appareil tout en conservant le même principe.

Chapitre II

APPAREILLAGE DE MESURE

L'appareil que nous avons construit a été modifié et perfectionné par retouches successives. Le montage auquel nous sommes arrivés est représenté par les figures 6 et 7. Après en avoir donné une description sommaire, nous préciserons les difficultés techniques les plus importantes qu'il a fallu surmonter.

1- Description générale

La figure 6 nous donne une vue de face et la figure 7 une vue de côté de l'appareil.

Sous le plateau 1, maintenu par trois pieds, est vissé le bloc de refroidissement 2 comportant un circuit d'eau intérieur avec une entrée 3 et une sortie 4.

L'éprouvette 5 peut être vissée soit directement dans le bloc de refroidissement, soit dans une pièce intermédiaire 6 qui la surélève. Le haut de l'éprouvette est coiffé d'un petit cylindre 8 en alliage réfractaire sur lequel est enroulé un élément chauffant.

Sous le bloc de refroidissement est fixé le système d'entraînement et de guidage du thermocouple. Ce système peut occuper deux positions. Dans l'une le bloc de refroidissement et le système d'entraînement sont coaxiaux et, dans ce cas, le thermocouple se déplace à l'intérieur d'une éprouvette creuse. Dans la deuxième position le système d'entraînement est décalé latéralement et le thermocouple se déplace alors le long de l'éprouvette à l'extérieur de celle-ci ; c'est la position occupée dans la figure 7 (décalage vers la droite).

2- Eprouvette

Après avoir essayé différents types d'éprouvette nous avons finalement adopté le modèle représenté par la figure 8. C'est un barreau cy-

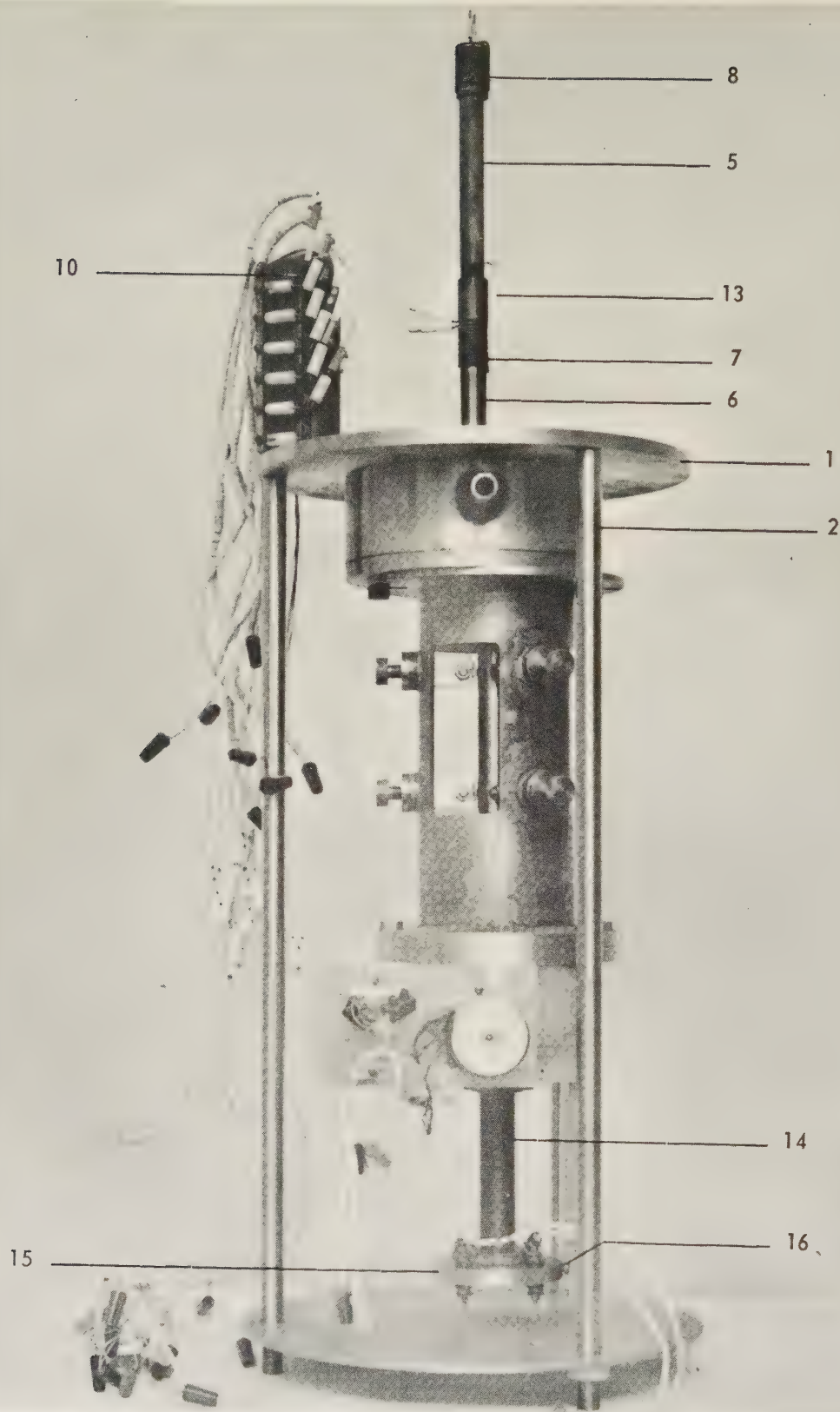


Fig. 6 - Vue de face de l'appareil

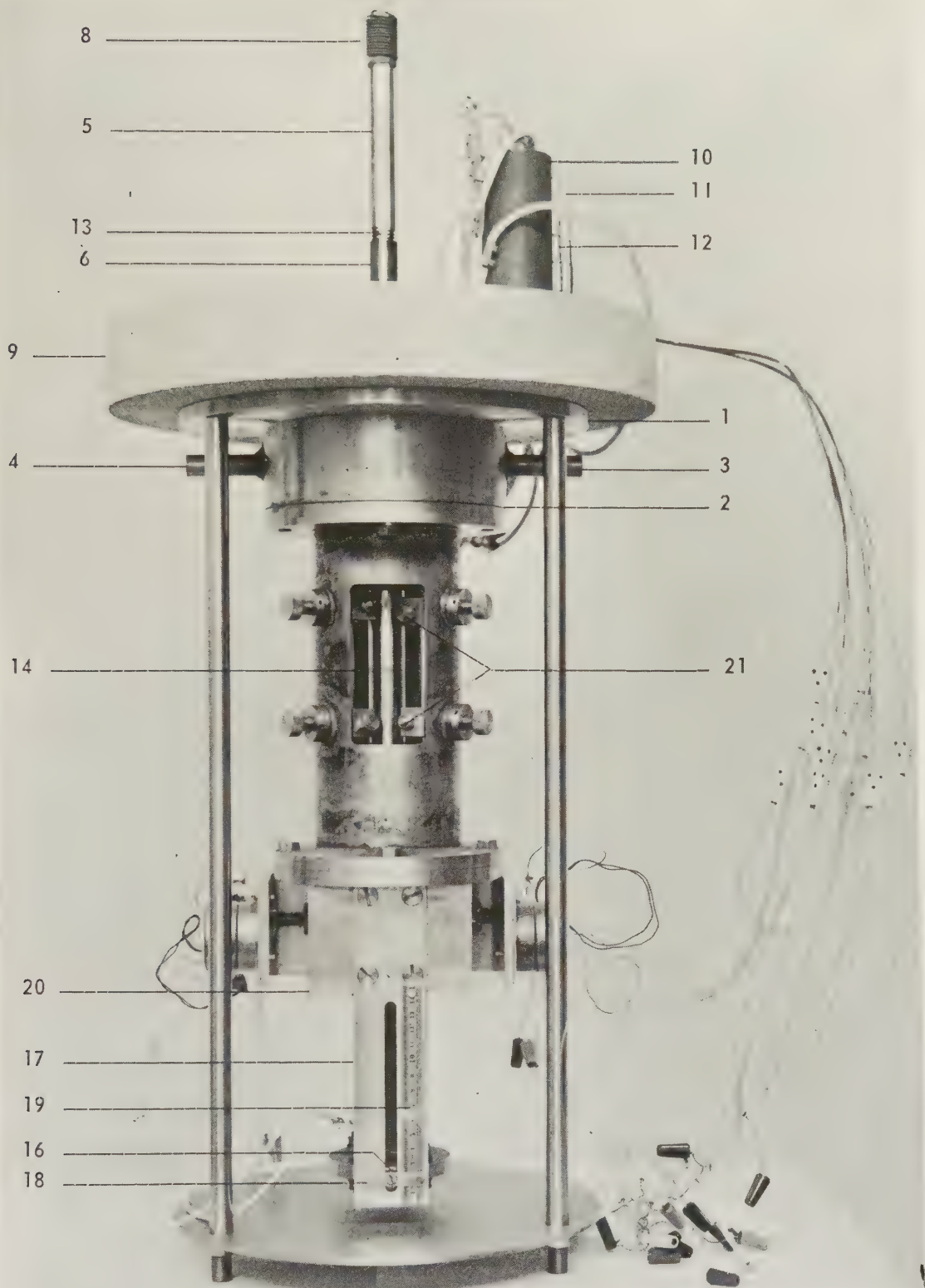


Fig. 7 - Vue de côté de l'appareil

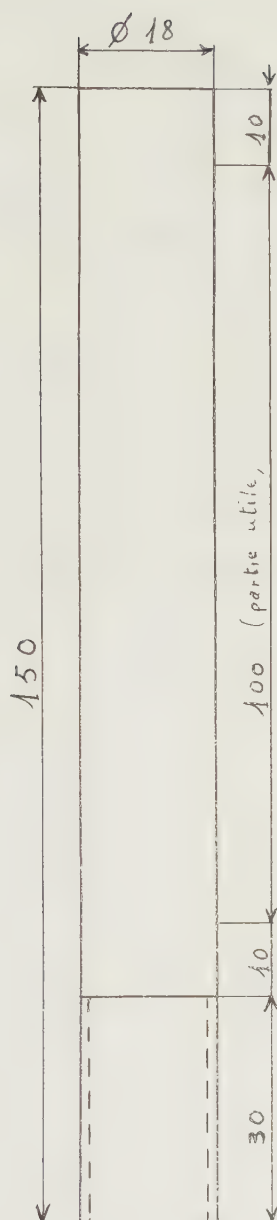


Fig. 8a

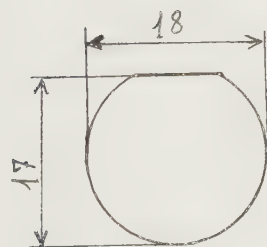


Fig. 8b

lindrique plein, de 18 mm de diamètre et de 150 mm de longueur, dont une extrémité (la base) est filetée sur une longueur de 30 mm. En limitant la partie utile à 10 mm au-dessus du filetage et à 10 mm au-dessous de la tête, cette partie utile mesure ainsi 100 mm (fig. 8a).

Un plat est fait tout le long de l'éprouvette, ce qui donne la section représentée par le figure 8b. Ce plat est poli jusqu'au papier potée 4/0. C'est sur ce plat que se déplace la tête du thermocouple, polie elle aussi jusqu'au papier 4/0. On évite ainsi les irrégularités de la courbe dues aux accrochages de la tête du thermocouple sur les rainures d'usinage.

3- Vide

Tout l'appareil est placé à l'intérieur d'une cuve tenant le vide, de manière à éviter l'oxydation de l'éprouvette. En effet, pour atteindre les conditions d'équilibre thermodynamique en phase solide, il faut le plus souvent un maintien à température élevée pendant un temps très long. Pendant nos essais nous avons maintenu un vide de 10^{-2} torr.

Cette cuve comporte une entrée et une sortie pour l'eau de refroidissement, un hublot permettant d'observer le dispositif de repérage de la position du thermocouple, et des bornes étanches en laiton pour les conducteurs électriques et les thermocouples de contrôle.

Pour les deux thermocouples de mesure nous avons dû utiliser deux bornes en chromel et deux autres en alumel, car avec les bornes en laiton apparaissaient des forces électromotrices variables qui étaient gênantes lors du tracé de la courbe différentielle. Ces deux thermocouples sont ainsi ho-

mogènes depuis la tête jusqu'à la source froide (glace fondante).

4- Fixation du thermocouple et système d'entraînement

Pour déterminer la courbe $T = f(x)$ et la courbe différentielle dont il sera question plus loin, nous utilisons deux thermocouples en chromel-alumel de 0,64 mm de diamètre. Ces thermocouples sont placés dans une tige d'isolation quadrifilaire 13 (fig. 9a) de 4 mm de diamètre extérieur. La tige d'isolation est elle-même placée à l'intérieur d'une barre cylindrique et creuse 14, de 10 mm de diamètre intérieur. Cette barre est filetée sur la moitié inférieure de sa hauteur. Sur le haut est vissée une pièce 21 qui présente un passage de 10 mm de long et de 4 mm de large, ce qui permet à la tige d'isolation du thermocouple de se déplacer perpendiculairement à la surface plane de l'éprouvette mais non latéralement.

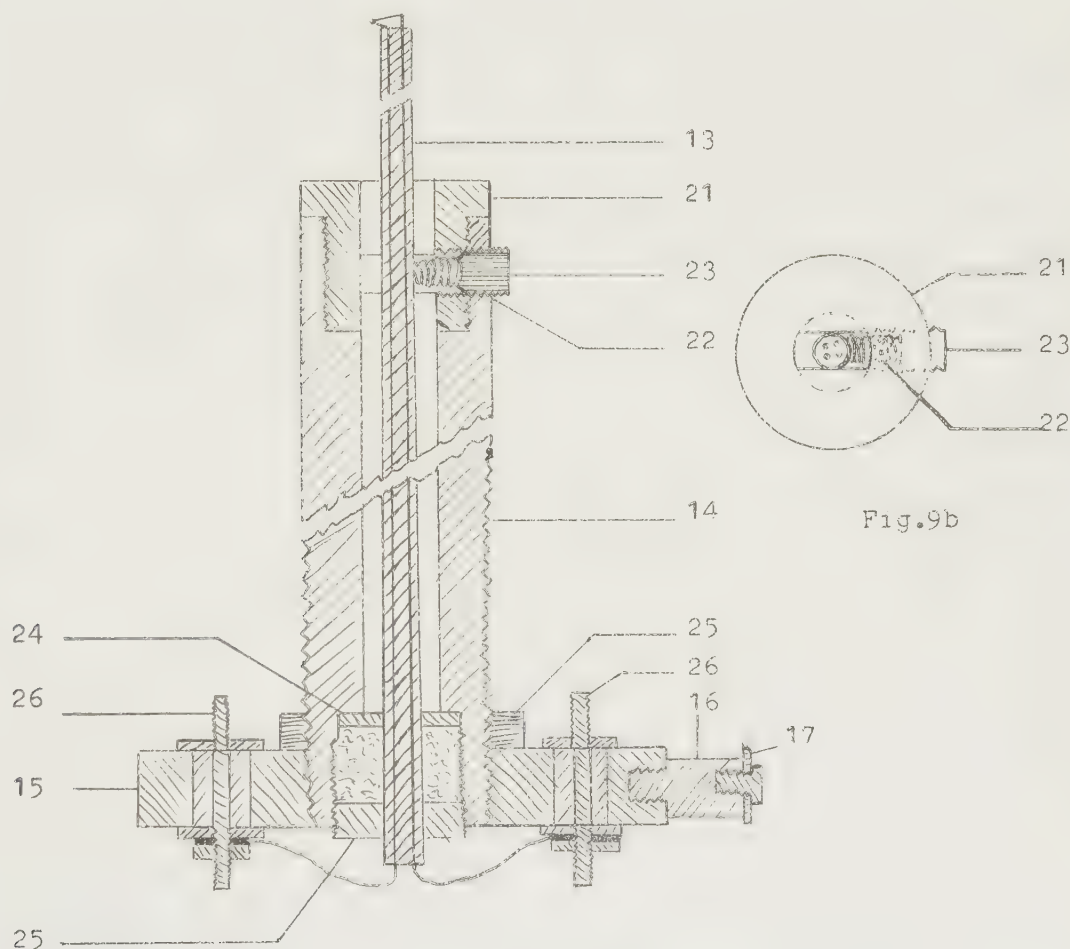


Fig.9a

Montage du thermocouple

Un ressort 22, dont la tension est réglée à l'aide d'une vis 23, maintient la tête du thermocouple constamment en contact avec la surface de l'éprouvette sous une pression donnée réglable à l'aide du ressort 22 (fig. 9b). A la partie inférieure de la barre 14 une rondelle intérieure 24 centre la tige d'isolation et un presse étoupe 25 la bloque. Sa flexibilité, jointe à une distance importante du point fixe à la fente de guidage (400 mm), permet à la tige d'isolation de se déplacer sur toute la longueur de cette fente (3 mm de part et d'autre de la position centrale).

Toujours à la partie inférieure de la barre 14, mais à l'extérieur cette fois-ci, est vissée une couronne 15 bloquée par un contre-écrou 25. Sur cette couronne sont fixées quatre bornes 26, deux en chromel et deux en alumel, où arrivent les quatre fils des thermocouples et d'où repartent d'autres fils toujours en chromel ou alumel. Sur le côté est fixé un téton cylindrique 16 qui coulisse sans jeu dans la fente de la plaque 17. Sur le téton est fixé un index 18 placé devant la réglette graduée 19 portée par la plaque. Cet index sert à repérer la position de la tête du thermo-



Fig.10

couple lors de son déplacement. Il suffit pour cela de mesurer, aussitôt après montage de l'éprouvette, la distance x_1 de la tête du thermocouple au sommet de l'éprouvette et de lire l'indication correspondante x de l'index sur la réglette graduée (fig.10). Quand le thermocouple se déplace, à tout accroissement Δx de x correspond une diminution égale $|\Delta x_1|$ de x_1 ($\Delta x = -\Delta x_1$).

La distance x_1 est mesurée à l'aide d'un pied à coulisse. L'erreur de mesure provient principalement de la détermination du point de contact du thermocouple et de l'éprouvette ; nous l'é-

valuons à $\pm 0,2$ mm.

La position x de l'index est connue à $\pm 0,25$ mm, la réglette 19 étant graduée en $1/2$ mm. Le déplacement Δx du thermocouple est donc déterminé à $\pm 0,5$ mm en se basant sur les indications de l'index et par conséquent x_1 l'est à $\pm 0,7$ mm.

Le système de déplacement de la barre, et par suite du thermocouple, est constitué par le bloc 20. Deux moteurs synchrones SAPMI à 2 sens de rotation, type 802, donnant une vitesse de rotation de 15 t/mn et un couple d'accrochage de 760 cm.g, entraînent une vis sans fin montée sur roulements à billes. Cette vis sans fin fait tourner une roue dentée solidaire d'un cylindre creux fileté intérieurement et monté sur roulements à rouleaux coniques. Dans ce cylindre vient se visser la barre 14. Cette barre étant solidaire du téton 16 sera animée d'un mouvement de translation vers le haut ou le bas suivant le sens de rotation des moteurs. D'autre part cette barre passe entre deux étages de roulements à bille 21. Chaque étage comporte trois roulements disposés à 120° l'un de l'autre.

Par ce système d'entraînement et de guidage, la barre 14, et par suite le thermocouple, sont animés d'un mouvement de translation uniforme et sans jeu. La vitesse de ce mouvement ne doit pas être trop grande pour que l'équilibre thermique puisse s'établir entre la tête du thermocouple et le point correspondant de l'éprouvette. Des essais effectués à différentes vitesses nous ont montré que la vitesse de 36 mm/h obtenue avec les moteurs dont la vitesse de rotation est de 15 t/mn est suffisamment lente pour atteindre cet équilibre à moins de 0,1°C près.

5- Diminution du gradient de température

La pièce 6 (fig.7), qui permet de surélever l'éprouvette, augmente la distance entre la source chaude et le bloc de refroidissement et, ainsi, diminue le gradient de température le long de l'éprouvette pour une température donnée T_1 de la tête de l'éprouvette. De plus, cette pièce comporte un élément chauffant 7 situé à la partie supérieure, et qui permet de porter la base de l'éprouvette à une température T_2 inférieure à T_1 mais aussi voisine de T_1 qu'on le désire. On peut imposer, de la sorte, un gradient de température très faible à l'éprouvette.

6- Isolément thermique - Compensation des pertes latérales

L'isolément thermique est assuré par des couronnes, en brique réfractaire isolante, s'emboîtant les unes dans les autres. La couronne inférieure 9 repose sur le plateau 1 (fig.6). A la partie supérieure on place un disque. L'ensemble forme ainsi une cavité fermée dans laquelle se

trouve l'éprouvette. Des passages radiaux sont prévus pour les fils électriques et les thermocouples.

Cet isolement thermique s'est avéré insuffisant quand le haut et la base de l'éprouvette sont portés tous deux à température relativement élevée. Ainsi dans un essai, la tête de l'éprouvette était portée à $T_1 = 820^\circ\text{C}$ et la base à $T_2 = 680^\circ$ ce qui correspondait à un gradient voisin de $10^\circ\text{C}/\text{cm}$. La courbe $T = f(x)$



Fig.11

avait alors l'allure représentée par la figure 11.

Le gradient de température étant très faible, la puissance calorifique P fournie par la source chaude à l'éprouvette était elle-même très faible. Mais, aux températures de l'essai, la puissance dissipée par les pertes radiales était supérieure à P , ce qui

abaissait la température au-dessous de T_2 en certaines parties de l'éprouvette. Autrement dit, la "source froide" ne recevait pas d'énergie de la source chaude mais, au contraire, devait en fournir elle aussi à l'éprouvette pour alimenter les pertes radiales de celle-ci.

Pour pallier cet inconvénient nous avons placé un anneau de garde 10 autour de l'éprouvette. Cet anneau de garde possède 6 éléments chauffants identiques, répartis régulièrement sur toute la hauteur et possédant une entrée commune constituée par un barreau de cuivre reliant les six entrées; les six sorties sont distinctes. Cette disposition permet, tout en diminuant le nombre de bornes, de régler séparément l'intensité dans chaque élément et par conséquent la puissance qu'il fournit.

Au milieu de la hauteur couverte par chaque élément chauffant, deux trous voisins, situés sur la même circonférence, ont été percés dans l'anneau de garde; l'un est borgne, l'autre traverse la paroi. Nous pouvons ainsi, en plaçant des thermocouples dans les trous borgnes, avoir la température de la paroi de l'anneau de garde en six points régulièrement répartis le long d'une génératrice (thermocouples 11). Les thermocouples 12 traversent la paroi de l'anneau de garde et vont toucher la surface de l'é-

prouvette ; on repère ainsi la température en six points de l'éprouvette situés aux mêmes hauteurs que les six points précédents de l'anneau de garde.

Ces douze thermocouples sont du type Thermocoax à gaine extérieure en Inconel de 1mm de diamètre. Les deux thermocouples d'un même étage sont montés en opposition.

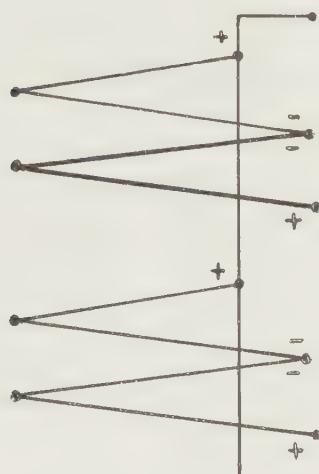


Fig.12

La fig.12 montre les connexions de deux étages de thermocouples. Le point commun des deux thermocouples (fils négatifs) d'un même étage est relié à une borne. Chaque fil positif des thermocouples qui touchent l'éprouvette est relié à une borne. Les fils positifs de tous les thermocouples placés dans la paroi de l'anneau de garde sont reliés en commun à une même borne.

Ainsi il y a au total treize bornes qui permettent de mesurer la température en six points de l'éprouvette et aux six points homologues de l'anneau de garde et, de plus, la différence de température en deux points homologues.

Pour chaque élément chauffant l'intensité est réglée à l'aide d'un rhéostat, de façon que les deux thermocouples correspondants indiquent la même température à $\pm 1^{\circ}\text{C}$. Les pertes radiales ont été ainsi considérablement amoindries, ce qui a permis à la courbe $T = f(x)$ de retrouver une allure normales.

7- Éléments chauffants

Les différents éléments chauffants utilisés dans l'appareil sont tous du type Thermocoax, ce qui permet de disposer de puissances élevées avec une faible longueur de fil et sans aucun problème d'isolement (conducteur interne en Ni - Cr 80-20 de 0,5 mm de diamètre, gaine isolante en poudre de magnésie comprimée, gaine extérieure en Inconel de 1,8 mm de diamètre, résistance de $3,7 \Omega/\text{m}$, intensité maximum de 26 A ce qui correspond à une puissance de 2500 W par mètre).

8- Régime permanent

Les différents éléments chauffants sont alimentés en courant alternatif stabilisé. Le débit de l'eau de refroidissement est lui aussi maintenu constant.

En fonction du temps, la température en un point de l'éprouvette tend asymptotiquement vers une certaine valeur et ensuite s'y maintient. Le régime permanent est alors atteint.

9- Enregistrement de la courbe $T = f(x)$

Cet enregistrement est effectué à l'aide d'un potentiomètre MECI Speedomax 62101 S 13f avec décalage d'origine continu et avec les cinq sensibilités suivantes : 1 - 2 - 5 - 25 - 50 mV.

L'enregistrement de la courbe $T = f(x)$ est fait au bout d'un temps plus ou moins long après l'établissement du régime permanent, ce temps étant fonction de la vitesse de la transformation étudiée.

10- Courbe différentielle

Nous avons envisagé deux méthodes :

10-1 Première méthode

Les têtes des deux thermocouples sont légèrement décalées en hauteur l'une par rapport à l'autre de Δx , quantité qui doit rester constante pendant toute la durée de l'essai. Entre les deux têtes il y a une différence de température ΔT . En montant les deux thermocouples en opposition on obtient directement ΔT et on peut enregistrer en fonction de x la courbe $\Delta T = g(x)$.

La quantité $\frac{\Delta T}{\Delta x}$ tend vers la dérivée de T par rapport à x quand Δx tend vers zéro. En prenant un écartement Δx assez petit, on peut confondre $\frac{\Delta T}{\Delta x}$ avec la dérivée de $T = f(x)$.

$$\frac{\Delta T}{\Delta x} = f'(x)$$

$$\Delta T = f'(x) \cdot \Delta x$$

et comme Δx est constant la courbe enregistrée $\Delta T = g(x)$ est donc la courbe dérivée de $T = f(x)$ à un facteur constant près.

Nous avons dû abandonner cette méthode qui paraissait la plus simple, car nous n'avons pas réussi à réaliser un ensemble qui soit suffisam-

ment rigide et souple à la fois pour que, d'une part, Δx reste rigoureusement constant et pour que, d'autre part, les pressions des deux têtes des thermocouples sur la surface de l'éprouvette restent elles aussi constantes. Les légères variations de Δx ou des pressions des têtes, qui se produisaient lors du déplacement des thermocouples, provoquaient des irrégularités très importantes sur la courbe donnée par un enregistreur galvanométrique (graphispot SEFRAM) qui, sur la position "galvanomètre", donne un déplacement de 250 mm pour une intensité de $2,5 \mu A$. La résistance totale du circuit étant de 40Ω , les 250 mm correspondent à une force électromotrice de 0,1mV; cette force électromotrice, dans le cas de deux thermocouples en chromel-alumel montés en opposition, est donnée par une différence de $2,5^\circ C$ entre les deux têtes. On conçoit donc que de faibles variations de Δx ou des pressions des têtes, soient suffisantes pour provoquer des irrégularités importantes sur la courbe.

10-2 Deuxième méthode

Dans la deuxième méthode qui finalement a été retenue, les deux thermocouples sont soudés ensemble et ne forment qu'une seule tête. L'un d'eux est relié au potentiomètre enregistreur pour obtenir la courbe $T = f(x)$ et l'autre est montée en opposition avec une différence de potentiel variant de façon linéaire en fonction du temps. Cette différence de potentiel variable est obtenue à l'aide du dispositif suivant.

Nous avons réalisé un potentiomètre circulaire avec un fil, de 1,20 m de longueur, de 2mm de diamètre et ayant une résistance R_1 de $0,43 \Omega$, qui forme une spire non fermée autour d'une plaque en matière isolante de 40 cm de diamètre. Le curseur est entraîné par un moteur synchrone dont la vitesse de rotation est de 1t/2h.

La figure 13 montre le montage électrique. La source électrique est une grosse pile sèche de 1,5V. 1-2-3-4 et 5 sont des boîtes de résistances AOIP ayant les caractéristiques indiquées sur la figure. Après la boîte 2 un rhéostat, constitué par un fil de résistance $0,11 \Omega$, permet une variation continue de la résistance R_2 de l'ensemble boîte 1 + boîte 2 + rhéostat à fil, de 0 à $12,21 \Omega$. Un deuxième ensemble constitué par les boîtes 3 + 4 + 5 a une résistance R_3 qui peut varier de 1 en 1 de 0 à 1221Ω ;

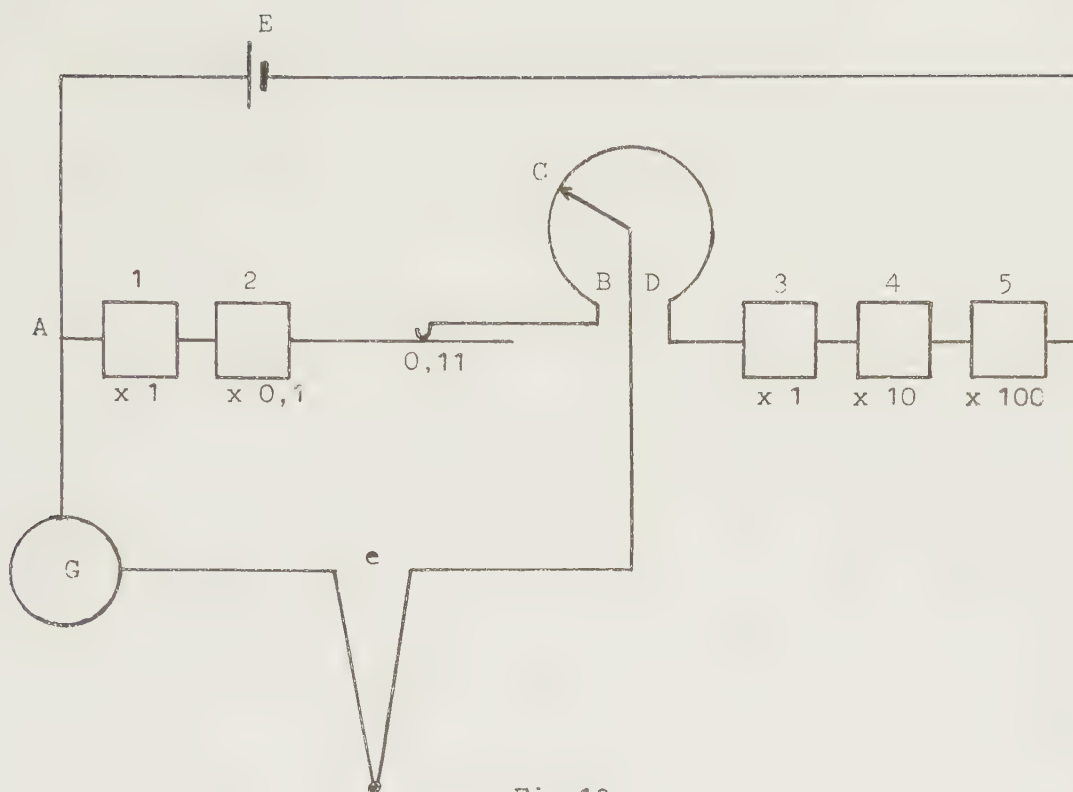


Fig.13

étant donné sa résistance nettement plus élevée que celle du reste du circuit, c'est cet ensemble qui sert à régler l'intensité I qui traverse le potentiomètre.

Le thermocouple est monté en opposition entre l'entrée A du premier ensemble de résistances et le curseur C du potentiomètre. La différence de potentiel opposée à la force électromotrice du thermocouple est donc $V = V_A - V_C$. Avant l'enregistrement la résistance de cet ensemble est réglée pour que l'intensité i qui traverse le galvanomètre G soit nulle ; on a alors $V = e$.

Quand la tête du thermocouple se déplace le long de l'éprouvette, sa température, et par suite la force électromotrice e , varie. En même temps le curseur C se déplace et V varie également. Le galvanomètre va enregistrer un courant i qui sera fonction de la différence $e - V$ et également de la variation de résistance du circuit due au déplacement du curseur.

Nous avons les relations suivantes :

pour le circuit A D E

$$E = I(R_1 + R_2 + R_3) + i(R_2 + R_{BC}) \quad (1)$$

pour le circuit A C G

$$e = I(R_2 + R_{BC}) + i(R_2 + R_{BC} + R_4) \quad (2)$$

où R_{BC} est la résistance de la portion BC du fil du potentiomètre, R_4 la somme des résistances des fils du thermocouple et de la résistance intérieure du galvanomètre.

Dans la relation (1) le terme $I(R_1 + R_2 + R_3)$ est voisin de 1,5V car le terme $i(R_2 + R_{BC})$ est très faible. En effet i est au plus égal à $2,5\mu A$ (valeur maximale admise par le galvanomètre) et $R_2 + R_{BC}$ est au plus égal à $12,64\Omega$ et la plus grande valeur que peut atteindre le terme $i(R_2 + R_{BC})$ est donc $31,6 \cdot 10^{-6}V$. On voit que le terme $i(R_2 + R_{BC})$ est négligeable devant le terme $I(R_1 + R_2 + R_3)$ ce qui montre que, pratiquement, I est constant pendant toute la durée de l'essai.

De l'équation (2) nous tirons :

$$i = \frac{e - I(R_2 + R_{BC})}{R_2 + R_{BC} + R_4}$$

R_{BC} est au plus égal à $0,43\Omega$ alors que $R_2 + R_4$ est au moins égal à 45Ω . Nous pouvons donc, sans grande erreur, négliger le terme R_{BC} dans la somme $R_2 + R_{BC} + R_4$.

De plus on a $V = (I + i)(R_2 + R_{BC})$ et comme I atteint quelques mA et i tout au plus $2,5\mu A$; on peut négliger i dans cette expression et écrire $V = I(R_2 + R_{BC})$.

Ceci donne finalement :

$$i \neq k_1 (e - V)$$

La résistance R_{BC} est une fonction linéaire du temps puisque le curseur C se déplace à vitesse constante sur le fil BD. La tension V est donc, elle aussi, une fonction linéaire du temps.

e , force électromotrice donnée par le thermocouple chromel-alumel, peut être considérée comme proportionnelle à la température T , surtout si l'intervalle de température étudié ne dépasse pas une centaine de

degrés C. $T \neq k_2 e$.

On peut assimiler V à la force électromotrice que donnerait un thermocouple chromel-alumel dont la température T' de la tête serait une fonction linéaire du temps. $T' \neq k_2 V$.

On peut donc écrire $i \neq k(T - T')$. On enregistre i en fonction du temps. La courbe obtenue correspond ainsi à :

$$T - T' = f(t) = g(x)$$

Voyons ce qu'on devrait observer dans le cas d'un métal présentant la transformation $\alpha \rightleftharpoons \beta$ à la température T_3 .

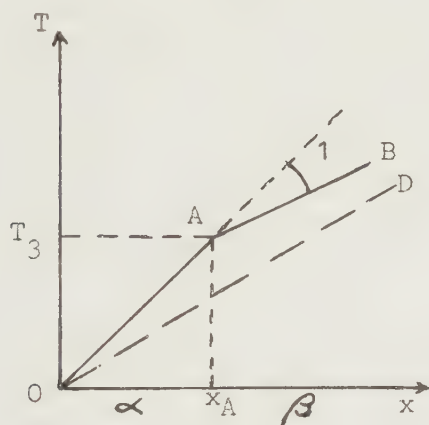


Fig. 14a

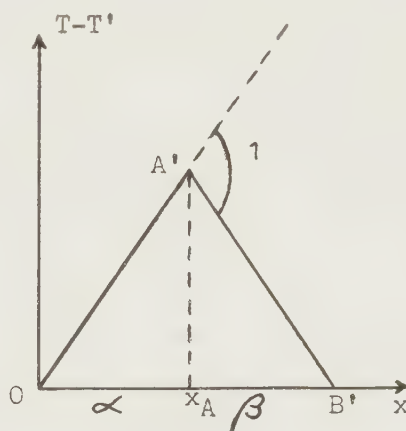


Fig. 14b

La courbe $T = f(x)$ est représentée par OAB (fig. 14a), la brisure en A correspondant au changement de phase. T' étant une fonction linéaire du temps, sa droite représentative est OD. La pente de OD, pour une vitesse de rotation donnée du curseur C, est fonction de l'intensité I que l'on peut faire varier à volonté en réglant la résistance R_3 . Le choix de cette pente doit satisfaire les conditions optimales d'amplification pour l'enregistrement de la courbe $T - T' = g(x)$, amplification qui sera évidemment plus importante que celle de la courbe $T = f(x)$ et qui agrandira l'angle A_1 de la brisure et rendra celle-ci plus apparente. On démontre que la plus grande amplification possible est obtenue quand la droite OD vient en OB. Dans ce cas la courbe $T - T' = g(x)$ correspond à la figure 14b.

En pratique il se peut que l'on ne puisse pas prendre cette amplification maximale, soit parce que les caractéristiques de l'appareil enregistreur ne le permettent pas, soit parce qu'il y a des effets électriques

parasites du même ordre de grandeur que $e - V$. Parmi les facteurs produisant de tels effets nous avons pu en déceler certains que nous avons réussi à supprimer ou tout au moins à amoindrir :

a) facteurs mécaniques : frottement irrégulier de la tête du thermocouple sur la surface de l'éprouvette dû aux irrégularités de surface ou aux variations de pression provenant du jeu transversal de la tige d'entraînement ; déplacement irrégulier provenant d'un jeu vertical ou d'une puissance insuffisante du moteur quand il se produit un point dur dans l'entraînement.

b) facteurs électriques : bornes en laiton pour les thermocouples, ce qui crée des forces électromotrices parasites quand la température de la borne varie ; courants induits dans les conducteurs.

Dans l'appareil décrit nous avons tenu compte de ces facteurs et avons cherché à les réduire le plus possible, mais la courbe $T - T' = g(x)$ présente encore certaines irrégularités quand la plus grande sensibilité du SEFRAM est utilisée.

Remarque : Nous avons représenté dans la figure 14 le cas d'un métal dont le coefficient de conductibilité thermique a une valeur constante k_1 pour la phase α et k_2 pour la phase β . Considérons maintenant le cas de k_1 et k_2 variables en fonction de la température. La figure 15a nous donne une courbe $T = f(x)$ correspondant à un tel cas. Si nous retranchons de T la

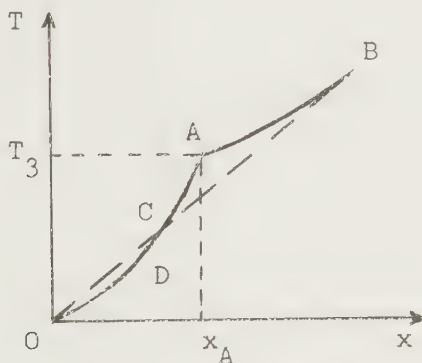


Fig. 15a

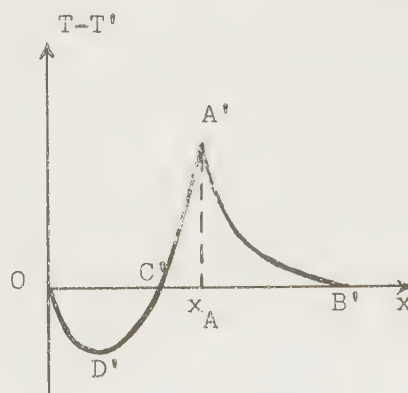


Fig. 15b

température T' représentée par la droite OB nous obtiendrons pour $T - T' = g(x)$ la courbe représentée dans la figure 15b. L'interprétation devient plus difficile que dans le cas précédent car ici D' ne correspond pas à un changement de phase. En D' nous avons un minimum assez étalé alors que

A', correspondant à la transformation $\alpha \rightleftharpoons \beta$, est un point de rebroussement.

En conclusion l'appareil décrit ci-dessus nous permettra d'enregistrer simultanément la courbe $T = f(x)$, donnant la température tout le long de l'éprouvette, et une courbe différentielle $T - T' = g(x)$. Cette deuxième courbe nous donnera de façon plus nette l'abscisse x_A du point de l'éprouvette où se produit le changement de phase. En se reportant au diagramme $T = f(x)$ on déterminera la température du point d'abscisse x_A , c'est-à-dire le point de transformation T_3 .

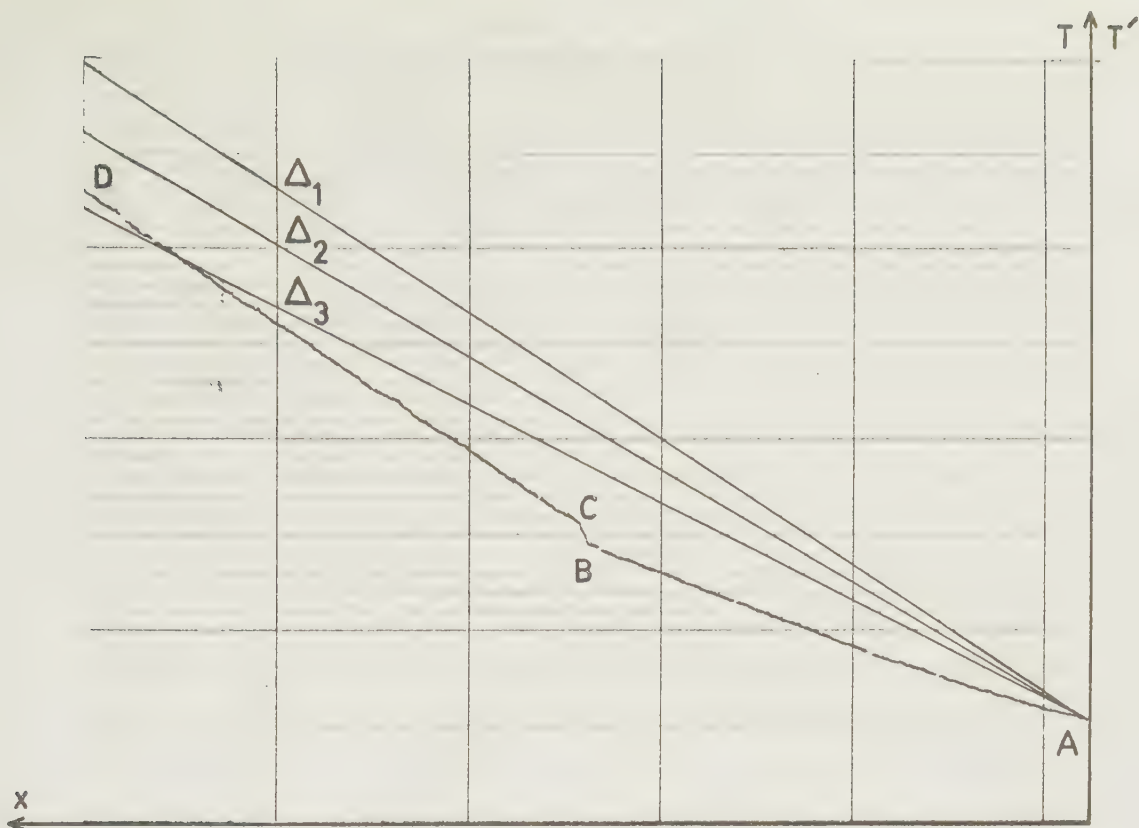


Fig. 16 - ABCD : courbe $T = f(x)$ obtenue avec une éprouvette Cu-Ni . La partie AB se rapporte au Cu ; la partie BC à la brasure ; la partie CD au Ni.
 Δ_1 , Δ_2 et Δ_3 : droites $T' = f'(x)$

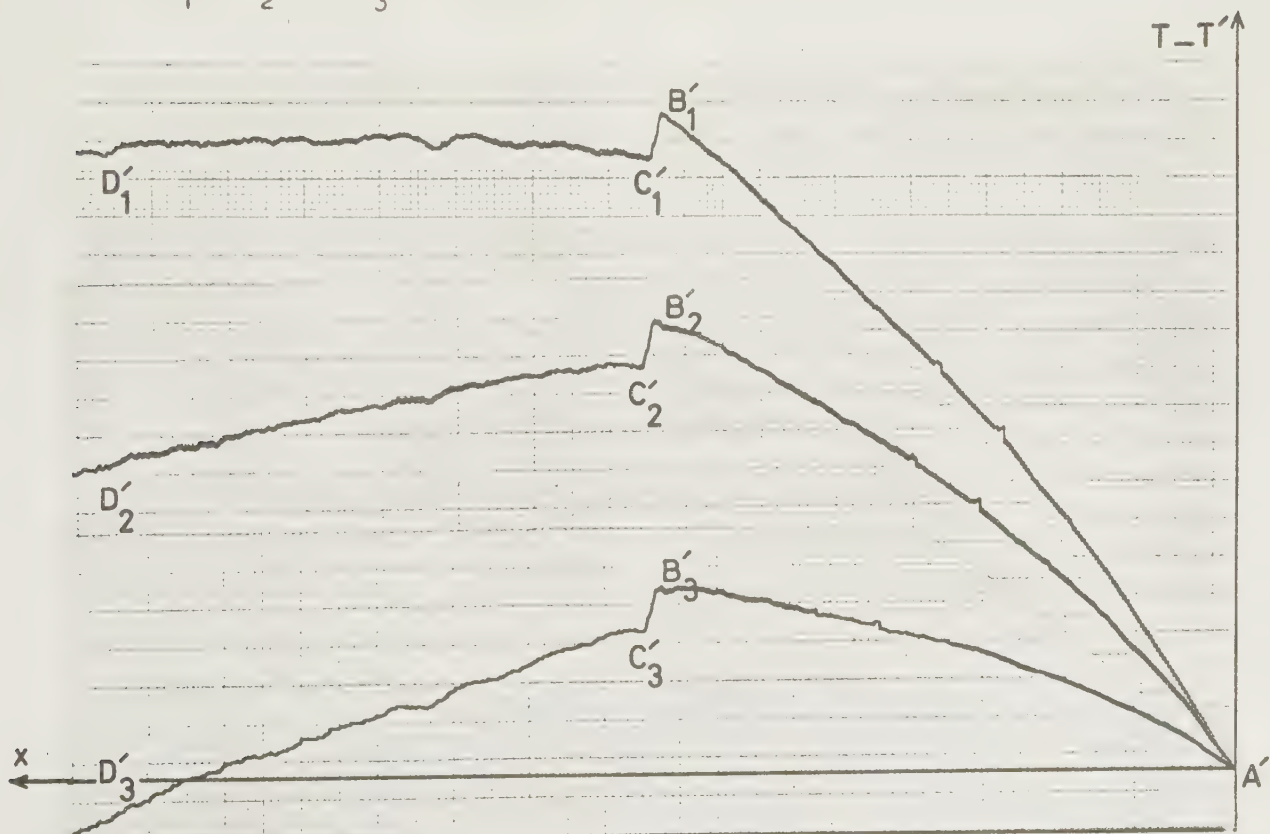


Fig. 17 - Courbes différentielles $T - T' = g(x)$. Eprouvette Cu-Ni.

Chapitre III

MISE AU POINT DE L'APPAREILLAGE

La mise au point de l'appareil et de la méthode différentielle a été réalisée en utilisant une éprouvette composite. Le haut de l'éprouvette est en Ni et le bas en Cu, ces deux parties étant réunies par une brasure. La figure 16 montre une courbe $T = f(x)$ obtenue au cours de cette mise au point. Pour cet essai, le thermocouple se déplaçait à une vitesse de 14,4 mm/h et la vitesse de déroulement du papier dans l'enregistreur MECI était de 127 mm/h. Le coefficient d'amplification des abscisses dans ce diagramme est donc de $\frac{127,7}{14,4} = 8,82$. La partie AB de la courbe correspond au cuivre, BC à la brasure et CD au nickel. La projection de BC sur l'axe des x mesure $1,1 \pm 0,1$ mm, ce qui représente sur l'éprouvette une longueur de $0,125 \pm 0,011$ mm. L'épaisseur de la brasure déterminée au microscope est de $0,133 \pm 0,005$ mm. Nous voyons que ces deux valeurs concordent aux erreurs de mesure près.

A la force électromotrice du thermocouple nous avons opposé, dans trois essais successifs, les différences de potentiel représentées par Δ_1 , Δ_2 , Δ_3 et nous avons enregistré les trois courbes différentielles correspondantes (fig.17). La droite Δ_1 a une pente égale à la pente moyenne de CD et la droite Δ_3 est voisine de AD. Δ_1 , Δ_2 et Δ_3 nous ont donné respectivement les trois courbes différentielles $A'B'_1C'_1D'_1$, $A'B'_2C'_2D'_2$ et $A'B'_3C'_3D'_3$. Pour ces trois courbes nous avons utilisé la plus grande sensibilité de l'enregistreur galvanométrique SEFRAM.

L'angle $\widehat{AB,CD}$ (fig.16) mesure 12° et les angles $A'B'_1, C'_1D'_1$, $A'B'_2, C'_2D'_2$ et $A'B'_3, C'_3D'_3$ (fig.17) mesurent respectivement 36° , 33° et 30° . On constate que cette méthode différentielle accentue l'angle de la brisure et la rend ainsi plus évidente. Il est à noter que si l'on avait pu enregistrer la troisième courbe avec une sensibilité plus grande pour que l'ordonnée de B'_3 soit la même que celle de B'_1 , l'angle $\widehat{A'B'_3, C'_3D'_3}$ aurait été plus grand que $\widehat{A'B'_1, C'_1D'_1}$.

Ainsi on a intérêt à prendre une différence de potentiel d'opposition représentée par la droite AD si l'on dispose d'une sensibilité suffisante pour que l'ordonnée de B' soit grande, sinon toute autre direction conviendra à condition qu'elle permette d'utiliser la plus grande sensibilité de l'appareil.

Ces courbes nous montrent que notre appareil permet de déterminer avec précision le passage d'un matériau à l'autre, passage qui est mis en évidence de façon plus nette encore sur les courbes différentielles.

Chapitre IV

APPLICATION DE LA METHODE A L'ETUDE DES TRANSFORMATIONS DANS UN ACIER EUTECTOÏDE

Nous avons appliqué la méthode basée sur la variation de la conductibilité thermique, à la détermination de la température de la transformation eutectoïde d'un acier au carbone.

L'intérêt d'un tel essai est double :

- vérifier la validité des résultats lorsque la transformation n'entraîne qu'une faible variation de la conductibilité thermique ;
- repérer si les isothermes, et par suite le front de la transformation, sont bien des sections droites de l'éprouvette. Ce dernier point a fait l'objet d'une vérification préalable.

1- Mise en évidence du front de transformation

1-1 Principe

La partie de l'éprouvette en acier eutectoïde portée à une température inférieure à la température de transformation eutectoïde T_E^0 reste perlitique, mais cette perlite devient globulaire. La partie dont la température est supérieure à T_E^0 devient austénitique et cette austénite donne de la perlite lamellaire lors du refroidissement suivant la fin des mesures. La micrographie devrait permettre l'observation directe, sur l'éprouvette refroidie, de la position et de la forme du front de transformation, c'est-à-dire de l'isotherme T_E^0 .

1-2 Conditions expérimentales

L'acier utilisé a été fourni par les aciéries d'Ugine et a la composition suivante :

C : 0,820 %	Si : 0,055	Mn : 0,115	Ni : 0,110	Cr : 0,055
Cu : 0,105	S : 0,005	P : 0,010	Al : 0,017	N : 0,010

L'essai est réalisé avec une éprouvette cylindrique creuse,

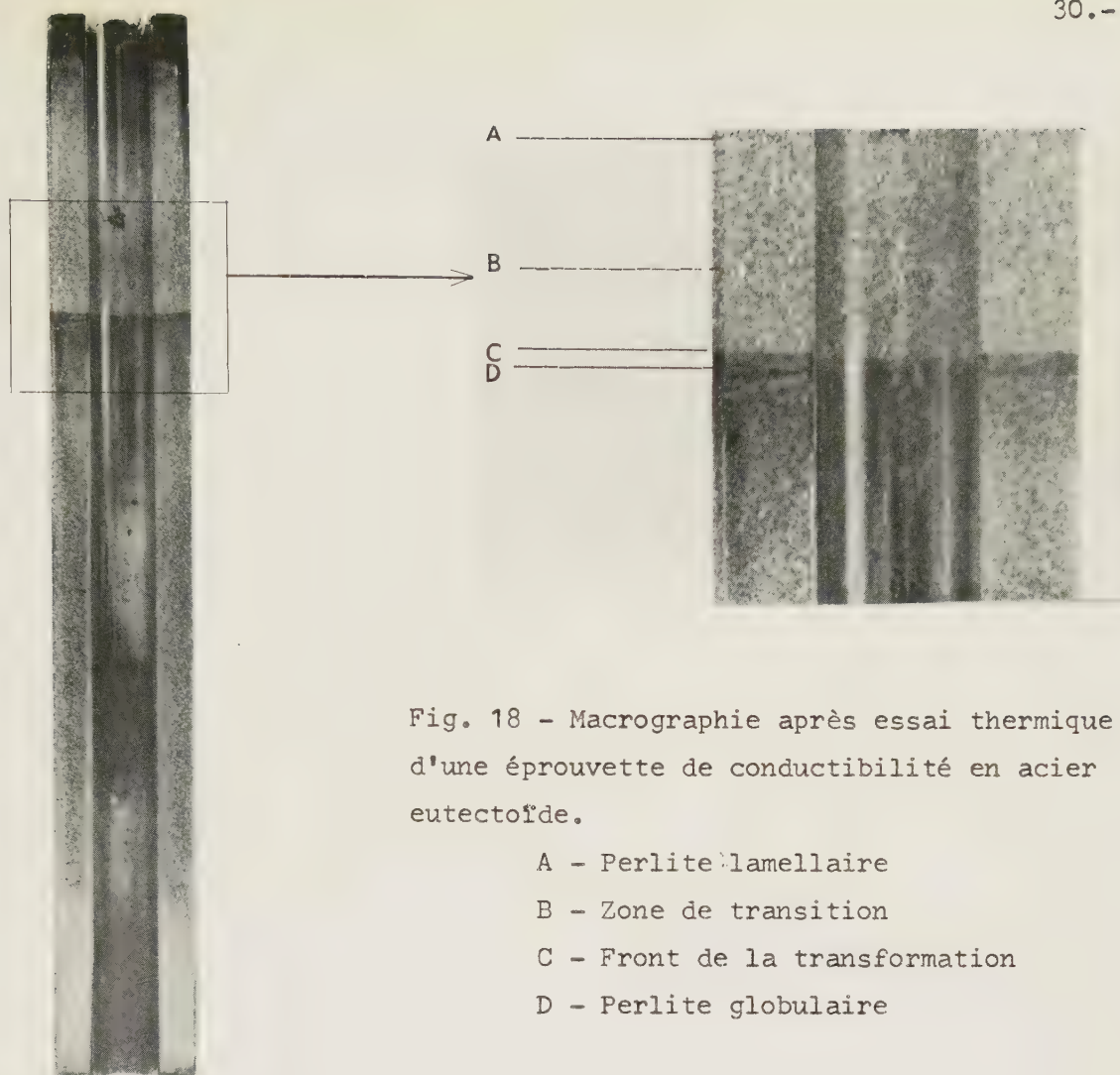


Fig. 18 - Macrographie après essai thermique d'une éprouvette de conductibilité en acier eutectoïde.

- A - Perlite lamellaire
- B - Zone de transition
- C - Front de la transformation
- D - Perlite globulaire

vissée directement dans le bloc de refroidissement et maintenue 24 heures environ en régime permanent. Le gradient de température utilisé était de l'ordre de $8^{\circ}\text{C}/\text{mm}$.

1-3 Résultats

La figure 18 montre une coupe longitudinale, passant par le plan médian de l'éprouvette, après polissage et attaque par l'acide picrique à 5 % dans l'alcool. Cette attaque ayant donné des colorations différentes à la perlite globulaire, l'isotherme T_E , est rendu visible à l'oeil nu. On constate que cet isotherme est bien une section droite de l'éprouvette.

Au-dessous du front de transformation on voit une bande, de 1 mm environ de largeur, qui est nettement plus foncée. L'examen au microscope montre que dans cette zone la perlite est entièrement globulaire, alors qu'au dessous la globulisation n'est pas parfaite et on y trouve des résidus de lamelles de la perlite lamellaire initiale. Plus bas encore, la température pendant l'essai n'étant pas suffisante, la globulisation ne s'est évidemment pas produite et la structure initiale s'est conservée.

L'examen micrographique montre plus. Alors qu'aux températures légèrement inférieures à celle du front de transformation la totalité de la perlite apparaît sous forme globulaire, aux températures légèrement supérieures la perlite n'est pas entièrement lamellaire ; de la forme globulaire subsiste, en proportion décroissante lorsqu'on s'éloigne du front vers les températures plus élevées, jusqu'à disparition totale. Il apparaît donc une zone de transition qui, dans les conditions de l'expérience (gradient de $8^{\circ}\text{C}/\text{mm}$) s'étend sur quelques millimètres.

1-4 Conclusion

Cet essai nous a montré que les isothermes, et par suite le front de la transformation, sont bien des sections droites. Il nous a révélé l'existence d'une zone de transition au-dessus du front de transformation, zone qu'il faut étaler pour mieux l'étudier ; pour cela il suffit de diminuer le gradient de température.

Cependant cet étalement de la transformation de la perlite en austénite dans un intervalle de température est contraire à ce que l'on doit théoriquement trouver pour un alliage eutectoïde. Avant de poursuivre, il y a lieu de faire le point sur les travaux effectués sur cette transformation.

2- Etudes antérieures sur la transformation perlite $\rightarrow$ austénite

2-1 Techniques utilisées

2-1-1 Micrographie

C'est la méthode qui a été la plus utilisée. En général les éprouvettes sont portées à une température T pendant un temps t et ensuite trempées (7 à 21 - 41-42). Par trempe l'austénite formée donne de la martensite alors que la ferrite et la cémentite restent inchangées. On peut ainsi

suivre la transformation.

Carpenter et Robertson (22-40) et Smith et Darken (23) font l'examen micrographique sur une éprouvette qui a été placée dans un gradient de température et ensuite trempée.

Les résultats présentés par les différents auteurs sont loin de concorder. Cependant des indications de la majorité d'entre eux il se dégage que la transformation au chauffage des aciers eutectoïdes, et même hypoeutectoïdes (acier contenant 0,70 % de carbone par exemple) comprendrait deux stades:

a) Transformation de la totalité de la ferrite avec dissolution partielle des carbures,

b) Dissolution des carbures résiduels.

D'après les données de certains auteurs (13-19-20) le premier stade s'effectue à température constante ou tout au moins dans un faible intervalle de température, tandis que Kjermann (7) signale un intervalle de 15°C et Hultgren (9) 20°C.

Pour la température de fin de dissolution des carbures les écarts sont beaucoup plus grands. Ainsi Labib (19) et Golestaneh (20) trouvent que la transformation est complète à 730°C. D'après les courbes T.T.T. (temps, température, transformation) données par Roberts et Mehl (13), au bout de 3 heures la dissolution n'est complète qu'au-dessus de 742°C. Pour Mirkin et Diterichs (11) la transformation est incomplète à 745°C. Andrew (8) a trouvé que tous les carbures sont dissous à 750°C, Hultgren (9) à 770°C, Rose et Strassburg (17) à 800°C (alors qu'ils étudiaient un acier hypoeutectoïde à 0,70 % de carbone), quant à Lauderdale et Harder (12) ils indiquent qu'il reste des traces de carbures à 815°C.

2 -1-2 Dilatométrie

La dilatométrie, soit directe soit différentielle, a été souvent employée elle aussi (8-16-17-21-24-25-26-27-28-29-30-31).

Les courbes obtenues ont schématiquement l'allure suivante (fig.19) :

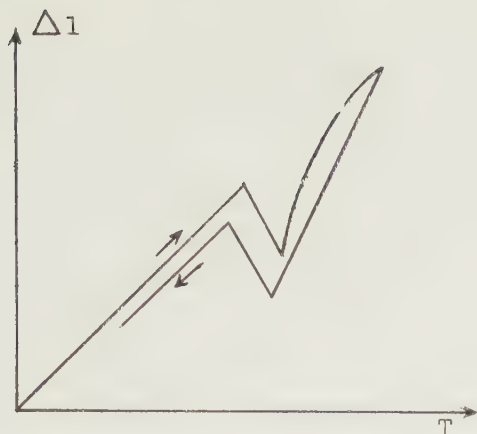


Fig.19a

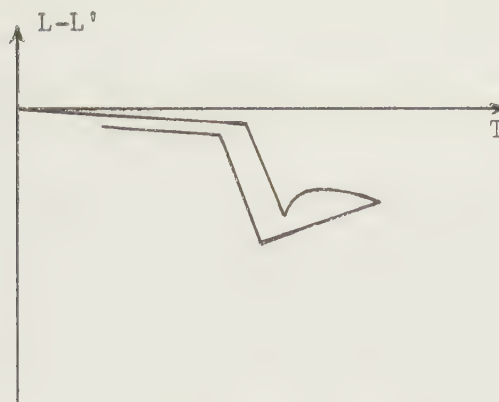


Fig.19b

Quand la transformation se produit il y a une contraction qui s'étale sur un certain domaine de température ; vient ensuite une période de forte dilatabilité suivie d'une autre période pendant laquelle la dilatabilité diminue progressivement, ce qui se traduit par un maximum sur la courbe différentielle. Dans cette dernière période la dilatabilité devient inférieure à celle de l'austénite et même à celle de la perlite.

Pour Portevin et Chévenard (25) ainsi que pour Tkachenko (26) la contraction se produit à température fixe et l'intervalle de température, qui sur la courbe correspond à cette contraction, n'est dû qu'au fait que la température de l'étalon continue à varier pendant la durée de la transformation.

La plupart des auteurs (8-17-21-24-25-30) considèrent que la fin de la contraction correspond à la fin de la transformation de la ferrite en austénite avec dissolution d'une partie des carbures.

Cependant, d'après Kidin et Marshalkin (29) il subsiste de la ferrite 15 à 20°C au-dessus de la température de fin de contraction indiquée par la dilatométrie. Pour le démontrer ils ont fait, parallèlement à la dilatométrie, des mesures magnétiques pendant la trempe après avoir atteint une température donnée ; le point de Curie pendant la trempe, leur montrait la présence de ferrite non transformée.

D'autre part, dans la publication de Sato (26), nous avons relevé sur les courbes de dilatométrie et de thermomagnétométrie relatives à l'acier contenant 0,92 % de carbone, et obtenues avec la même vitesse de chauffe de 120°C/h, les températures suivantes :

- fin de contraction 740°C
- fin du ferromagnétisme 760°C

D'après ces résultats, bien que Sato ne l'ait pas signalé, la fin de la contraction relevée sur la courbe dilatométrique ne correspondrait donc pas à la fin de la transformation de la ferrite en austénite, puisque dans cet acier légèrement hypereutectoïde il resterait encore de la ferrite.

D'une façon générale la portion de la courbe qui suit la fin de la contraction, et qui correspond à une période de forte dilatabilité, est attribuée à la dissolution retardée des carbures.

Par contre aucune explication n'est donnée pour la portion de courbe suivante où la dilatabilité décroît et devient inférieure à celle de l'austénite et même de la ferrite.

2-1-3 Autres techniques

Pour étudier la transformation perlite → austénite d'autres techniques ont aussi été utilisées :

- la magnétométrie au chauffage (21-26-30-31) ou en cours de trempe (7-16) ;
- l'analyse thermique (10-15-16-29) ;
- les rayons X dans le domaine de transformation (32-33) ou après trempe (18) ;
- la dureté après trempe (11-12-13-17-18)

Elles ne donnent, dans l'ensemble, que des indications fragmentaires sur le phénomène et complètent, dans le meilleur des cas, les données fournies par la micrographie ou la dilatométrie.

2-2 Résultats et hypothèses

Les résultats publiés sont très discordants. Cependant il s'en dégage que la transformation de la perlite en austénite ne se produit certainement pas à une température constante, mais qu'elle exige un certain intervalle de température. Cette transformation se produirait d'après un certain nombre d'auteurs en deux étapes, chacune d'elles s'étalant sur un intervalle de température :

- a) Transformation de la ferrite en austénite avec dissolution partielle de la cémentite (intervalle Ac_1) ;
- b) Dissolution des carbures résiduels.

L'intervalle Ac_1 a été attribué par Jones (34) Kjerrmann (7) Andrew et Dickie (35), Hultgren (9), Walldow (10), Carpenter et Robertson (22), Roberts et Mehl (13) , à la présence dans l'acier d'éléments tels que le manganèse, le silicium, le phosphore, cet intervalle étant accru quand il y a ségrégation de ces éléments. Cet intervalle n'existerait pas dans le cas d'un alliage Fe-C de haute pureté.

Remarquons toutefois que même dans le cas du fer de haute pureté préparé par la méthode de la zone fondue, Lehr (3) a trouvé par dilatométrie que la transformation Ac_3 s'effectuait dans un intervalle de température.

Pour expliquer la dissolution retardée de la cémentite Hultgren (9) a formulé l'hypothèse suivante :

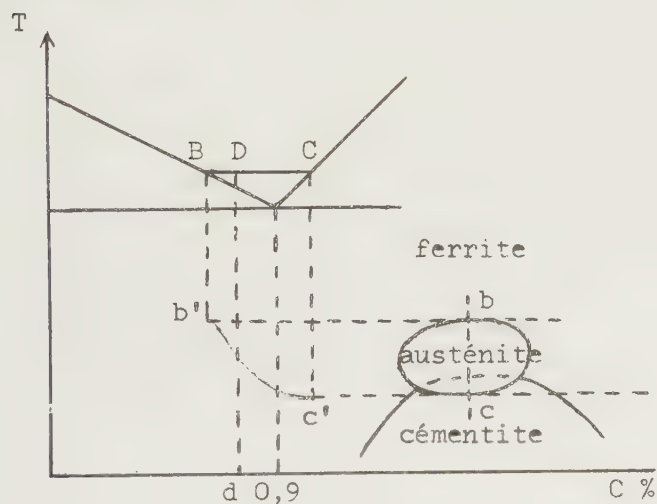


Fig.20

Par chauffage d'un acier eutectoïde pur il ne se forme pas d'austénite jusqu'à ce que la température indiquée par la ligne BC (fig.20) soit atteinte. Sur la droite de la figure 20 est montré un grain d'austénite formé à l'interface d'un grain de cémentite et d'un grain de ferrite. Le grossissement du grain d'austénite, et par suite le progrès de la transformation Ac_1 , implique les phénomènes suivants :

- a) Dissolution de la cémentite à la surface c, cette surface se déplaçant à l'intérieur de la cémentite. Le réseau de la cémentite est détruit, les atomes de fer rejoignant le réseau de l'austénite et les atomes de carbone entrant dans les interstices. Par suite de la haute teneur en carbone de la cémentite, sa vitesse de dissolution est gouvernée par la vi-

tesse de diffusion du carbone dans l'austénite.

b) Diffusion du carbone dans l'austénite de la surface c à la surface b.

c) Transformation de la ferrite en austénite à la surface b, cette surface avançant dans la ferrite, quand le carbone requis par cette transformation est fourni par diffusion depuis la surface c.

L'équilibre est constamment maintenu aux limites b et c et les teneurs en carbone de ces limites sont donc respectivement B et C. La vitesse de diffusion du carbone dans l'austénite étant faible à la température considérée, la distribution du carbone dans l'austénite est représentée par la courbe b' c', ce qui donne une teneur moyenne correspondant à la droite Dd et par conséquent inférieure à la teneur eutectoïde.

Hultgren explique ainsi que dans la transformation Ac_1 d'un acier eutectoïde, il reste encore de la cémentite non dissoute alors que toute la ferrite est transformée.

Nous remarquerons que cette hypothèse, qui peut expliquer un retard de dissolution de la cémentite dans le cas d'un chauffage continu, ne le justifie pas dans le cas d'un essai isotherme, le maintien à la température BC pendant un temps très long permettant de compenser la lenteur de diffusion. Or Hultgren lui-même indique qu'à une température donnée le pourcentage maximum de transformation est atteint au bout d'une heure et que pour que la transformation progresse davantage la température doit être élevée. La diffusion du carbone ne paraît donc pas être le facteur essentiel, ce que Molinder (18) a établi sans déterminer toutefois la nature du facteur principal.

2-3 Conclusion

Il paraît établi, bien que les résultats publiés ne soient pas concordants, que la transformation Ac_1 d'un acier eutectoïde ne s'effectue pas à température constante mais dans un intervalle de température. Ceci est en accord avec ce que nous observons par micrographie sur notre éprouvette.

Il est donc justifié de faire notre prochain essai avec un faible gradient de température pour étaler et pouvoir ainsi mieux étudier la zone de transformation.

3- Mesure de la température de l'eutectoïde

3-1 Conditions expérimentales

Elles sont choisies de manière à étaler sur une plus grande longueur de l'éprouvette la zone de transition signalée ci-dessus. L'éprouvette utilisée est du type plein avec méplat pour déplacement extérieur du thermocouple (chapitre III, § 2).

Entre l'éprouvette et le bloc de refroidissement nous avons mis la pièce intermédiaire 6, signalée dans la description de l'appareil (fig.7) et nous avons chauffé convenablement la base de l'éprouvette. Nous avons établi un gradient de température de l'ordre de $1^{\circ}\text{C}/\text{mm}$. L'anneau de garde a également été utilisé.

Les enregistrements ont été faits 200 heures après l'établissement du régime permanent. La tête du thermocouple se déplaçait à la vitesse de $36 \text{ mm}/\text{h}$. La vitesse de déroulement du papier dans l'enregistreur potentiométrique MECI était de $76,2 \text{ mm}/\text{h}$; le coefficient d'amplification des abscisses est ainsi de $\frac{76,2}{36} = 2,117$ pour la courbe $T = f(x)$.

Pour la courbe $T - T' = g(x)$ la vitesse de déroulement du papier était de $72 \text{ mm}/\text{h}$, ce qui correspond à un coefficient d'amplification des abscisses de 2.

Pour la courbe $T = f(x)$ la sensibilité utilisée était 5 mV pour la largeur de la bande de papier, c'est-à-dire 250 mm . Pour la courbe différentielle elle était de $0,25 \text{ mV}$ pour 250 mm également.

3-2 Résultats

Les figures 21 et 22 nous montrent respectivement les parties utiles des courbes $T = f(x)$ et $T - T' = g(x)$ que nous avons obtenues. Rappelons que x représente la position de l'index dont on déduit la distance x_1 de la tête du thermocouple au sommet de l'éprouvette ainsi qu'il est indiqué au chapitre III, § 4, sachant que pour $x = 29 \text{ mm}$ on a $x_1 = 115 \text{ mm}$.

Remarquons sur la courbe $T = f(x)$ que, lorsqu'on arrête le déplacement du thermocouple à la fin de l'essai, la courbe décrit une parallèle à l'axe des abscisses indiquant par là une température fixe. Ceci prouve que la température de la tête du thermocouple est bien à chaque ins-

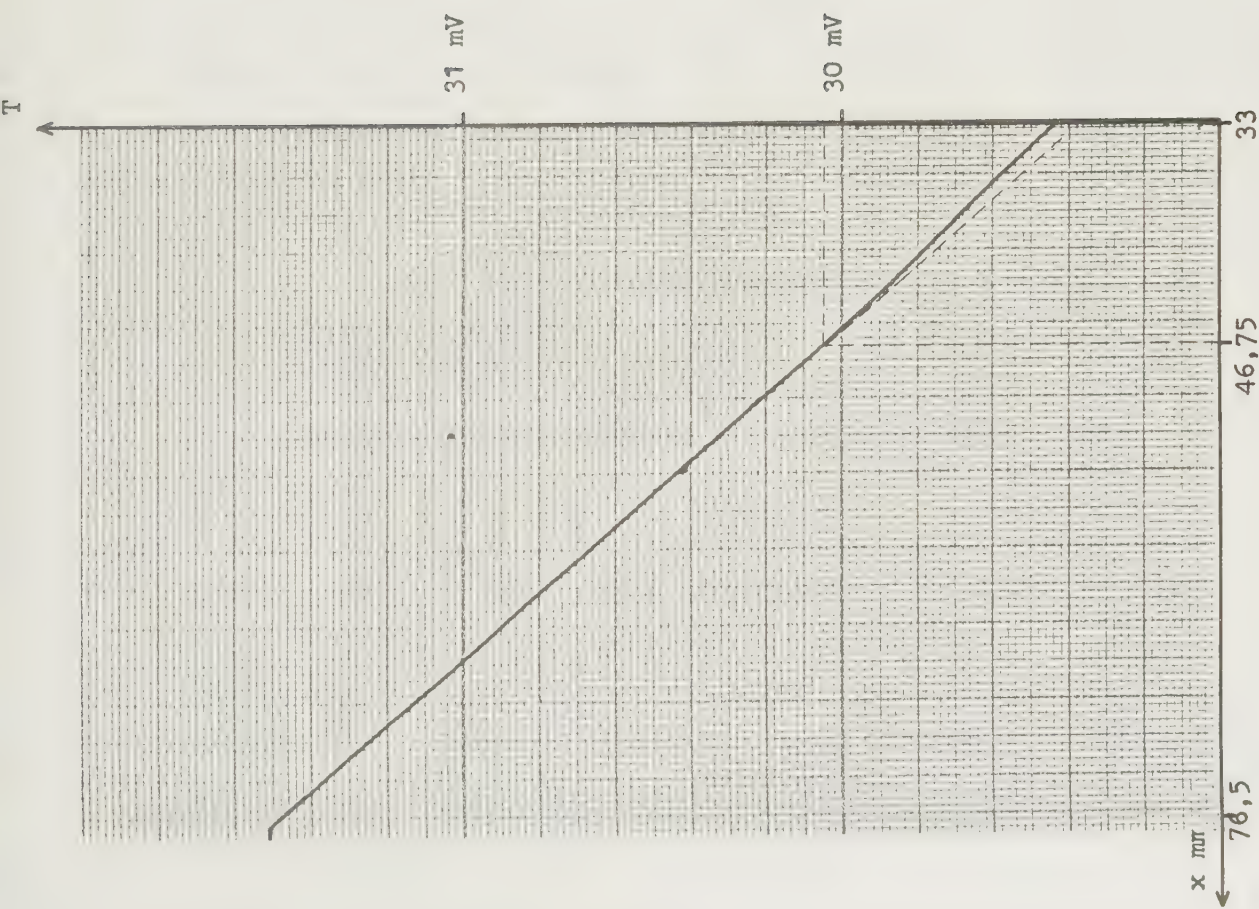


Fig.21 - Courbe $T = f(x)$
Eprouvette en acier eutectoïde

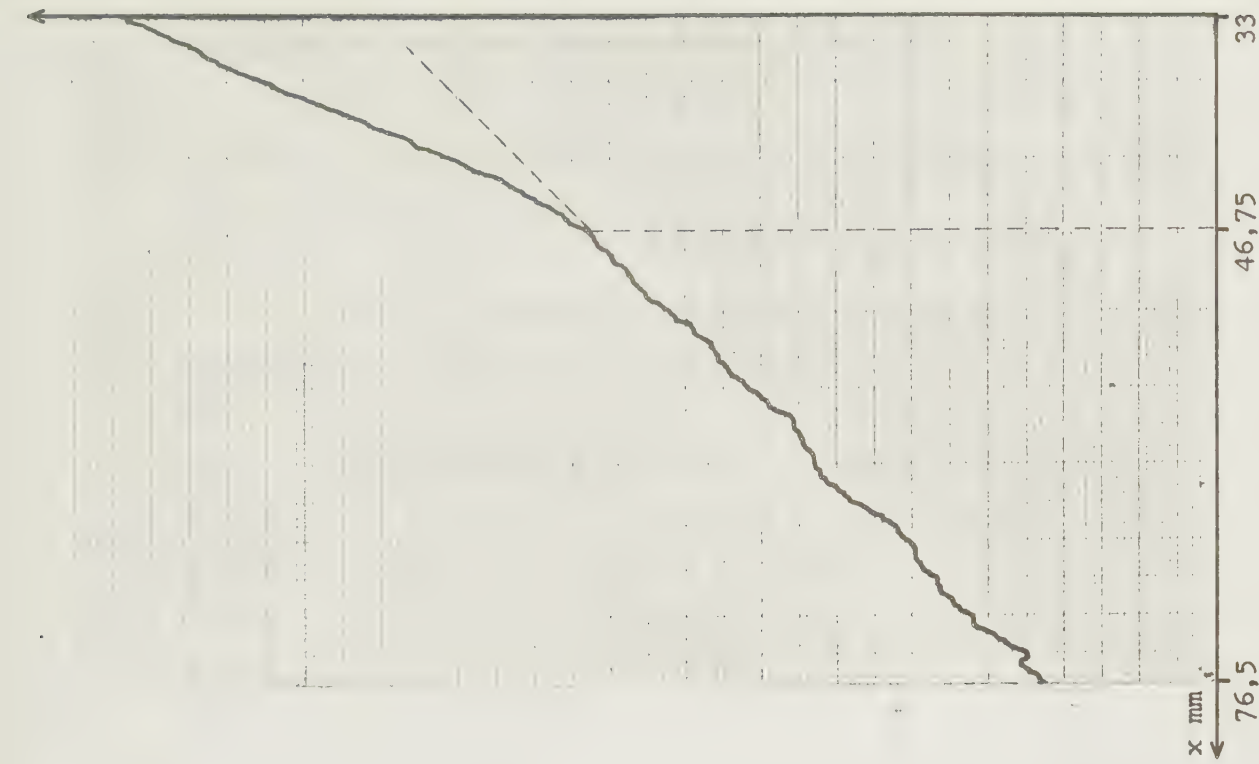


Fig.22. - Courbe différentielle $T-T' = g(x)$
Eprouvette en acier eutectoïde

tant celle du point de contact avec l'éprouvette.

Nous pouvons également constater que le tracé de cette courbe ne présente pas d'irrégularités comme la partie AB de la courbe représentée figure 5, partie correspondant à l'acier, ce qui montre l'amélioration de l'enregistrement obtenue avec notre appareil.

Sur la courbe $T = f(x)$ on ne voit pas de brisure nette mais seulement une légère variation de pente entre deux parties de la courbe.

La courbe différentielle présente des irrégularités mais, cependant, le changement de direction est ici plus net. L'abscisse du point de brisure est $46,75 \text{ mm} \pm 0,25$.

Sur la figure 21 nous voyons qu'au point d'abscisse $x = 46,75 \text{ mm}$ la force électromotrice du thermocouple est de $30,05 \text{ mV}$ soit une température de 722°C .

Dans les conditions d'utilisation du potentiomètre enregistreur l'erreur possible due à cet appareil est de $\pm 0,07 \text{ mV}$. L'erreur de lecture sur les diagrammes peut être évaluée à $\pm 0,02 \text{ mV}$. L'erreur atteint donc $\pm 0,09 \text{ mV}$, compte non tenu d'une erreur possible due au thermocouple lui-même. La température de la transformation eutectoïde de cet acier serait donc $722^\circ\text{C} \pm 2,5$.

3-3 Examen micrographique de la région de l'éprouvette correspondant au changement apparent de conductibilité thermique :

A $x = 46,75 \text{ mm} \pm 0,25$ correspond $x_1 = 97,25 \text{ mm} \pm 0,75$. Nous allons vérifier par micrographie si la transformation s'était bien produite en ce point.

L'éprouvette a subi une oxydation superficielle. Cette oxydation provient en partie d'un vide insuffisant (10^{-2} torr) et du dégazage très important à chaud des couronnes en brique isolante qui est très poreuse, mais elle est surtout due, dans cet essai, au refroidissement à l'air libre qui a suivi la fin de l'essai. En effet, nous avons ouvert la cuve dès l'arrêt du chauffage et enlevé les couronnes d'isolant thermique pour que le refroidissement soit assez rapide.

L'austénite formée donne ainsi de la perlite lamellaire sans aucun risque de globulisation ultérieure.

Pour éliminer la couche oxydée et décarburée, nous avons enlevé une épaisseur de 2,3 mm sur la partie plate de l'éprouvette et c'est sur cette partie que nous avons fait l'examen micrographique.

Nous avons observé que les premières plages de perlite lamellaire, qui correspondent aux plages d'austénite qui s'étaient formées pendant l'essai, apparaissent à $96,8 \text{ mm} \pm 0,2$ du sommet de l'éprouvette. Le point de brisure des courbes d'abscisse $x_1 = 97,25 \pm 0,70$ correspond ainsi, aux erreurs de mesure près, au début de la transformation de la perlite en austénite.

Mais la micrographie montre de plus, ainsi que cela sera précisé plus loin, que cette transformation s'étale sur un certain domaine de température. Or, les courbes $T = f(x)$ et $T - T' = g(x)$ ne donnent pas d'indication dans ce sens. Nous sommes ainsi amenés à conclure que la méthode basée sur la variation de la conductibilité thermique, tout en donnant une indication satisfaisante sur une température de transformation, s'avère insuffisante pour l'étude approfondie de la transformation eutectoïde des aciers.

4- Examen micrographique détaillé

L'éprouvette préparée pour l'examen micrographique ci-dessus, a été examinée au microscope sur toute sa longueur. Les figures 24 à 34 représentent les résultats. A titre de comparaison la figure 23 montre la structure de l'acier avant l'essai. Cet acier est légèrement hypoeutectoïde car on trouve quelques petites plages de fer-rite libre.

Rappelons que la perlite lamellaire devient globulaire quand elle est portée à une température élevée mais inférieure à celle de la transformation eutectoïde. Par conséquent, après l'essai, la partie inférieure de l'éprouvette qui n'a pas atteint cette température, et qui par conséquent n'a pas subi la transformation de la perlite en austénite, est constituée par de la perlite globulaire (fig.24).

La figure 25 correspond à la zone où commence la réaction eutectoïde. On y distingue (25a) sur le côté droit les premières plages sombres qui sont des grains de perlite lamellaire, comme le montre la figure 25b. Ces plages de perlite lamellaire proviennent de l'austénite qui s'était formée au bout des 200 heures qu'a duré le régime permanent. Nous prendrons pour origine ($l = 0$) ce point où on rencontre les premiers grains de perlite lamellaire. Cette origine correspond au front de transformation défini précédemment.

Nous donnons les micrographies correspondant aux distances 1mm, 2mm, 3mm, 4mm, 5mm, 10mm, 20mm, 40mm et 65mm à partir de l'origine vers le haut de l'éprouvette (fig. 26 à 34). Nous voyons que la proportion de perlite lamellaire augmente très rapidement au début. Au point $l = 65\text{mm}$ on aperçoit encore quelques carbures globulaires, ce qui montre que la transformation n'est pas encore complète à la température atteinte en ce point. Nous avons constaté la présence de tels carbures globulaires jusqu'à la distance $l = 68\text{mm}$. Au-delà nous n'en avons pas observé, mais nous ne pouvons pas affirmer qu'il n'y en a pas encore sur quelques millimètres de longueur de l'éprouvette car, devenant très petits et très rares, ils risquent de passer inaperçus. En tenant compte de cette erreur possible nous prendrons pour limite d'existence des carbures globulaires, et donc pour fin de la zone de transformation, le point $l = 68\text{mm} \begin{smallmatrix} + 2 \\ - 0 \end{smallmatrix}$.

Notons que ces carbures globulaires se trouvent aussi bien à l'intérieur des plages de perlite lamellaire que des plages de ferrite. On peut le constater sur l'ensemble des micrographies.

Au point $x = 46,75\text{mm}$ [courbe $T = f(x)$, fig. 21] la température est de 722° et au point $x = 76,75\text{mm}$ de 758° . Le gradient de température est donc de $1,2^\circ\text{C}/\text{mm}$. Le domaine de transition, entre la perlite entièrement globulaire et la perlite entièrement lamellaire, ayant une longueur de $68\text{mm} \begin{smallmatrix} + 2 \\ - 0 \end{smallmatrix}$ correspond à un intervalle de température de $81,5^\circ\text{C} \begin{smallmatrix} + 2,5 \\ - 0 \end{smallmatrix}$.

La transformation commençant au point de l'éprouvette $x_1 = 96,8 \pm 0,2$ (§ 3-3 ci-dessus) auquel correspond $x = 47,2 \pm 0,7$,

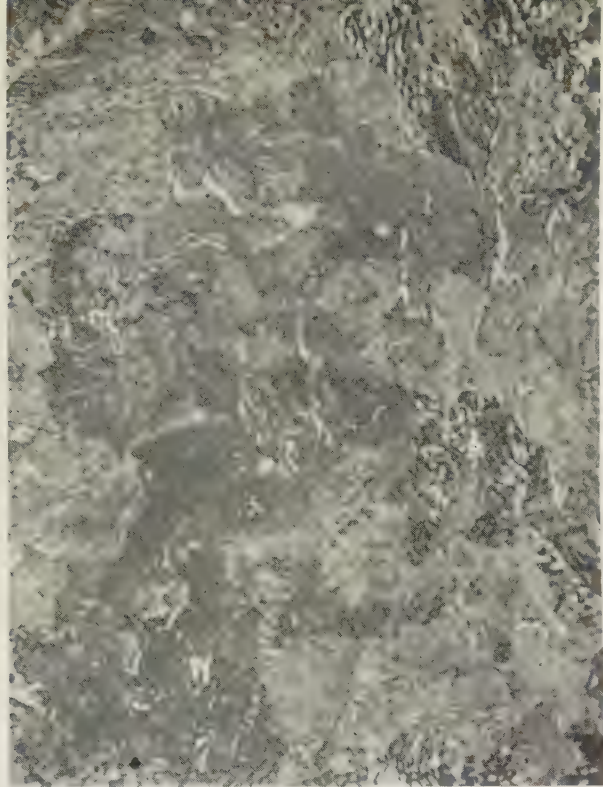
nous trouvons une température de $722,5^{\circ}\text{C} \pm 3$ pour le début de la transformation. La disparition des carbures globulaires se produit ainsi à $804^{\circ}\text{C} \pm \frac{5,5}{3}$.

Nous avons vu que pour cette température de fin de dissolution de la cémentite on trouve dans la littérature des valeurs très différentes les unes des autres. Notre valeur concorde avec celles de Rose et Strassburg (17) et de Lauderdale et Harder (12).

5- Estimation du pourcentage des différents constituants en fonction de la température

En utilisant les micrographies 24 à 34 nous avons déterminé le pourcentage de perlite lamellaire, de carbures globulaires situés dans la perlite lamellaire, de ferrite libre et de carbures globulaires situés dans cette ferrite. Pour cette évaluation nous avons utilisé la méthode d'analyse quantitative métallographique du "comptage de points" systématique à deux dimensions (36-37). Pour déterminer la position des points, nous avons placé un papier millimétré sur la photographie correspondant au grossissement 300 et, avec une pointe sèche de compas, nous avons piqueté tous les 5mm dans les deux directions à l'intérieur d'un rectangle de 70 x 95 mm, ce qui nous a donné 300 points. Nous avons établi pour chaque micrographie la répartition des 300 points entre les quatre éléments de structure considérés, ce qui nous donne une valeur statistique du pourcentage de chacun d'eux. Les résultats, portés dans le tableau I, ont été arrondis à l'unité la plus voisine pour la perlite lamellaire et la ferrite libre et à la demi-unité pour les carbures.

A ce grossissement de 300 la plupart des grains de perlite ne sont pas résolus car cette perlite est très fine (certains grains ne sont pas encore résolus au grossissement 2000 comme on peut le voir sur certaines micrographies). Cependant si certains d'entre eux ont une orientation très favorable (lamelles parallèles ou presque au plan d'observation) ils sont résolus et, dans ce cas, la ferrite entrant dans la formation de la perlite est comptée comme ferrite libre. Il risque donc d'en résulter une valeur trop forte pour le pourcentage de ferrite et trop faible pour celui de la perlite. On ne peut pas utiliser un

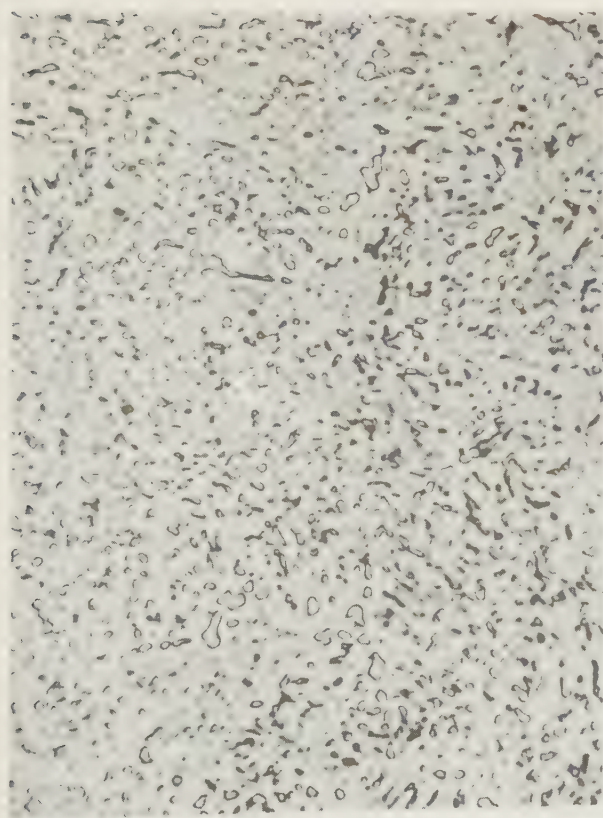


a - 300

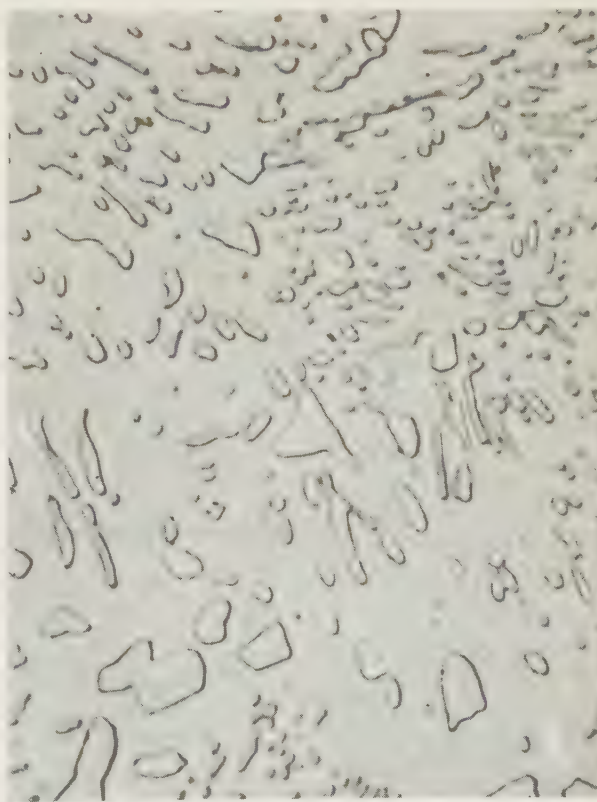


b - 2000

Fig. 23 - Micrographie avant essai thermique. Perlite lamellaire

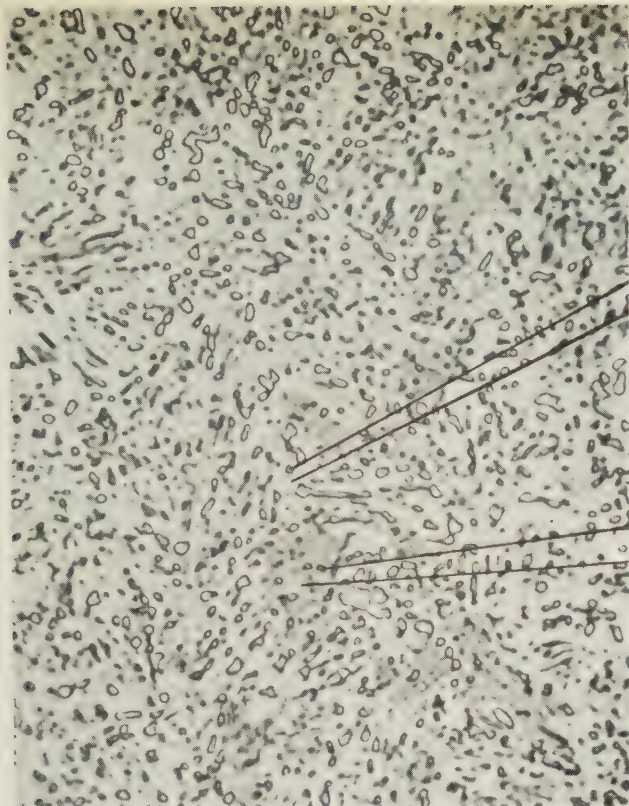


a - $\times 300$

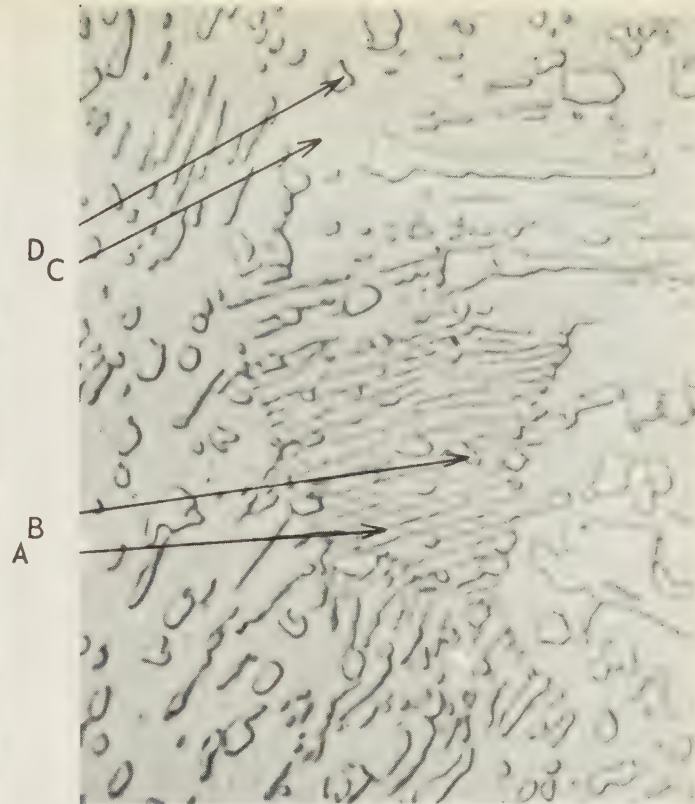


b - $\times 2000$

Fig. 24 - Micrographie après essai thermique ; $\lambda < 0$ ($T < T_0$) . Perlite globulaire



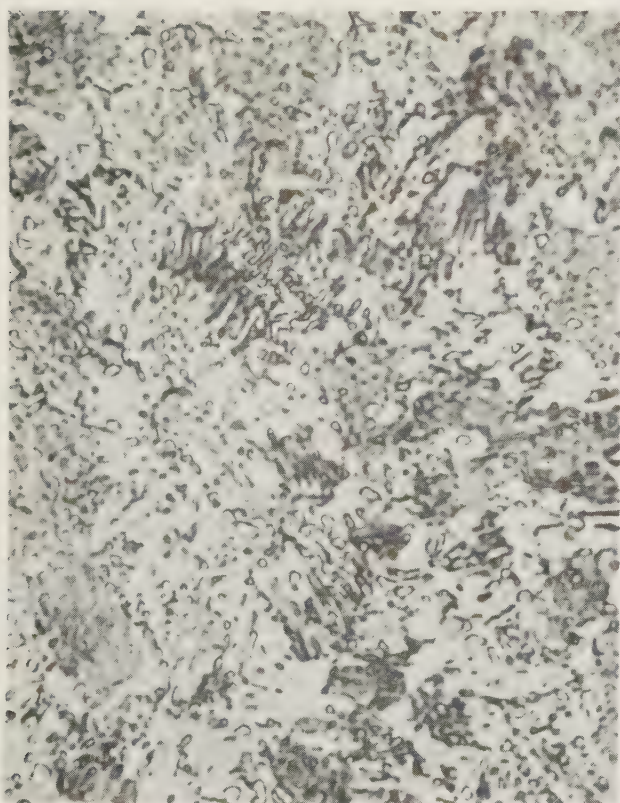
a - x 300



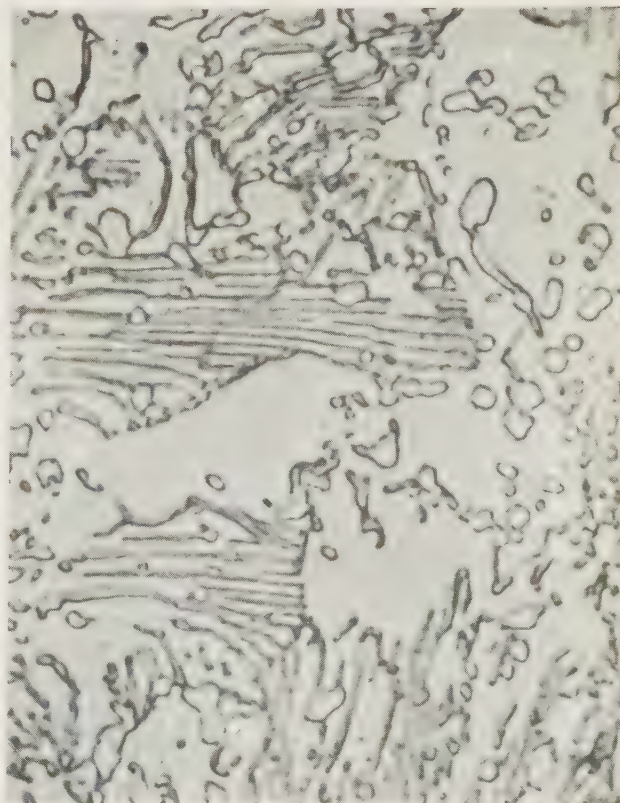
b - x 2000

fig. 25 - $\lambda = 0$ ($T = T_0$)

A = perlite lamellaire - B = Fe_3C globulaire dans la perlite lamellaire
C = Ferrite libre - D = Fe_3C globulaire dans la ferrite libre



a - x 300

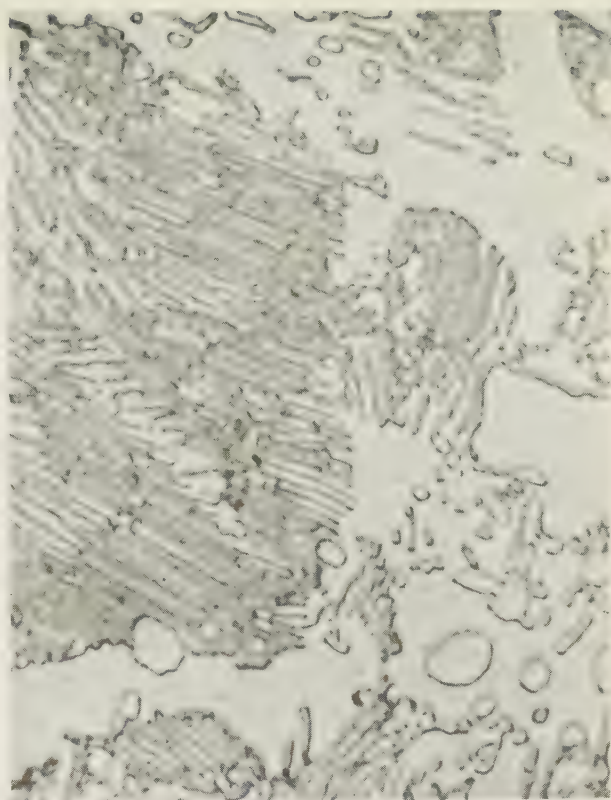


b - x 2000

fig. 26 - $\lambda = 1 \text{ mm}$ ($T = T_0 + 1,2^\circ \text{C}$)

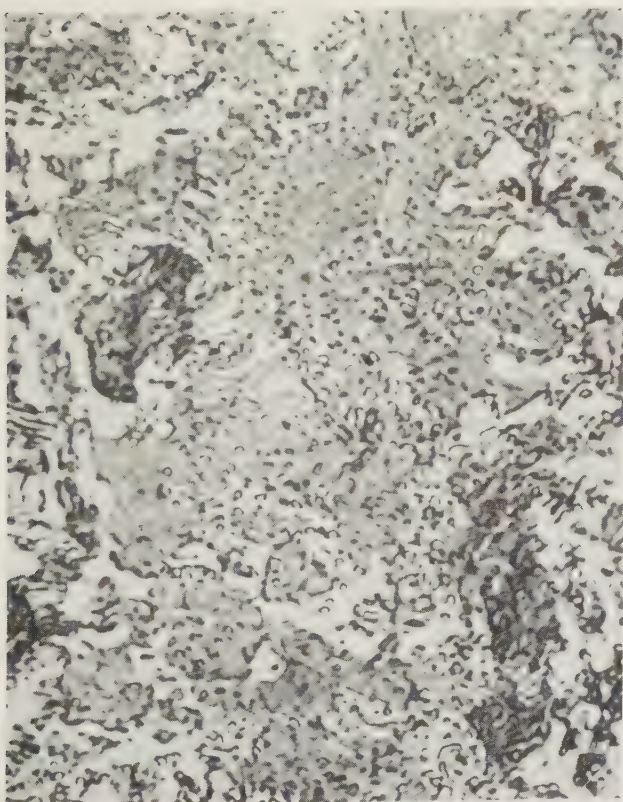


a - x 300

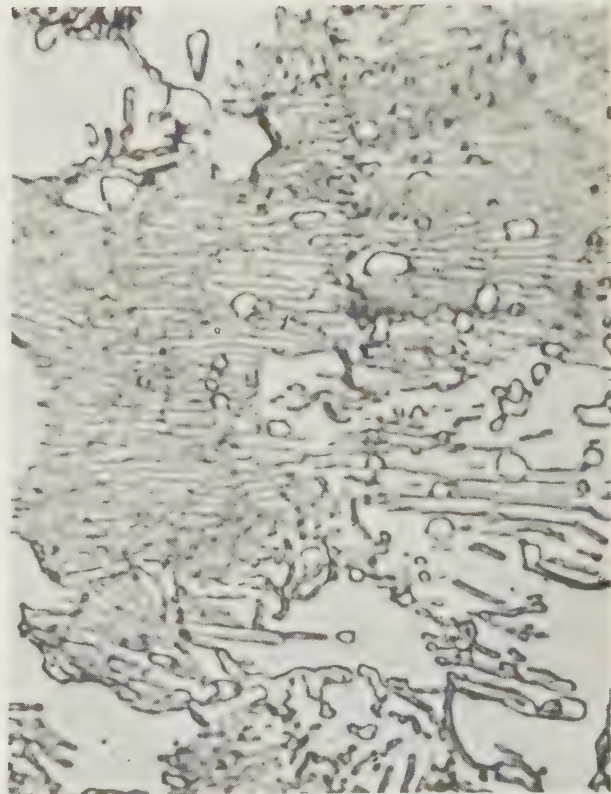


b - x 2000

fig. 27 - $\lambda = 2 \text{ mm}$ ($T = T_0 + 2,4^\circ \text{ C}$)

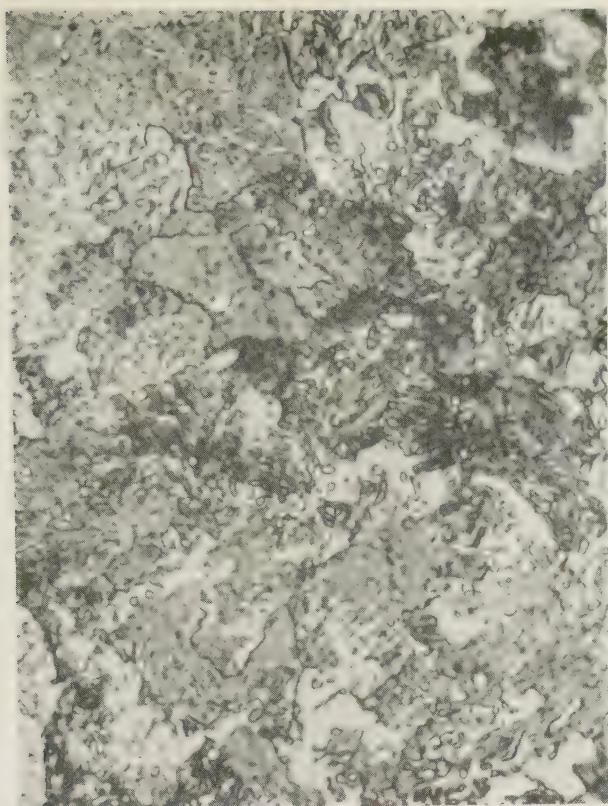


a - x 300

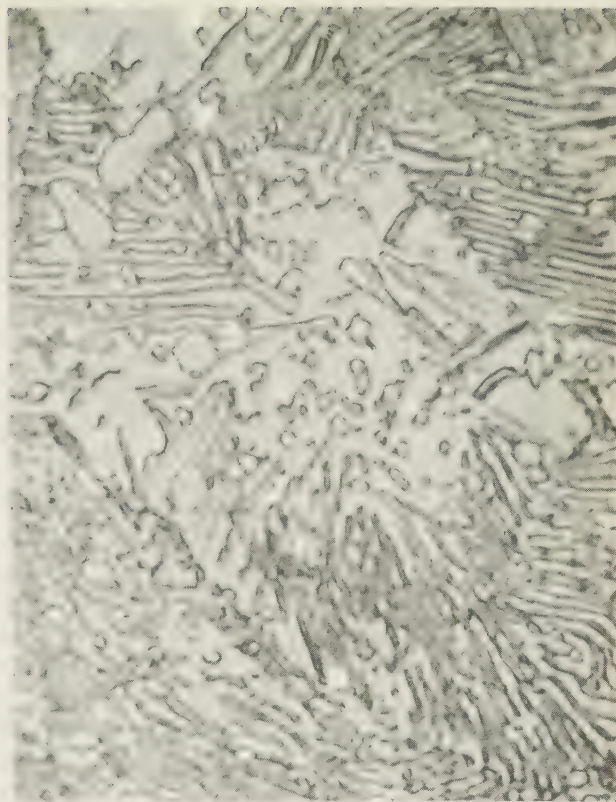


b - x 2000

fig. 28 - $\lambda = 3 \text{ mm}$ ($T = T_0 + 3,6^\circ \text{ C}$)



a - x 300

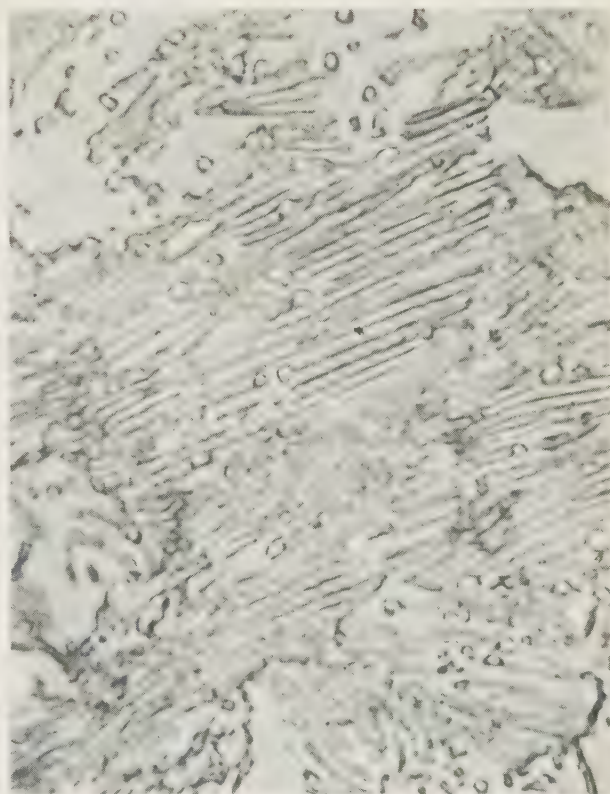


b - x 2 000

fig. 29 - $\lambda = 4 \text{ mm}$ ($T = T_0 + 4,8^\circ \text{ C}$)

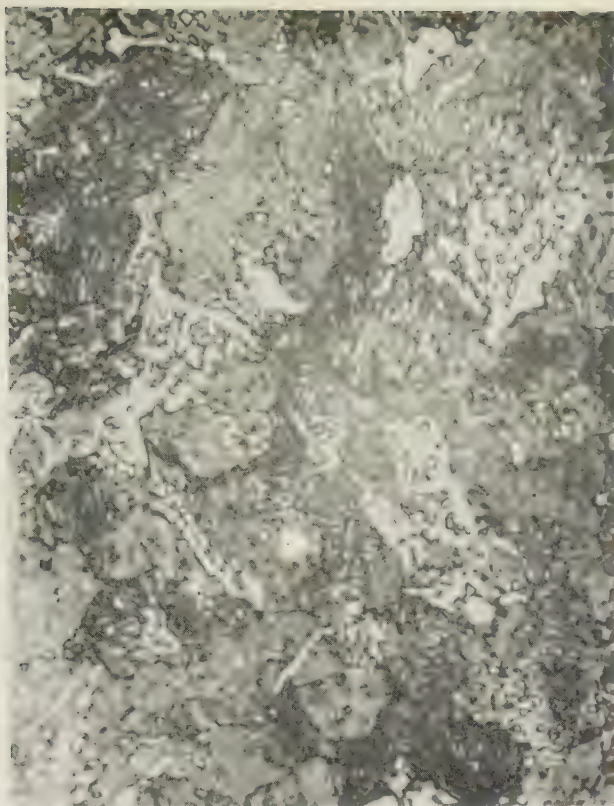


a - x 300

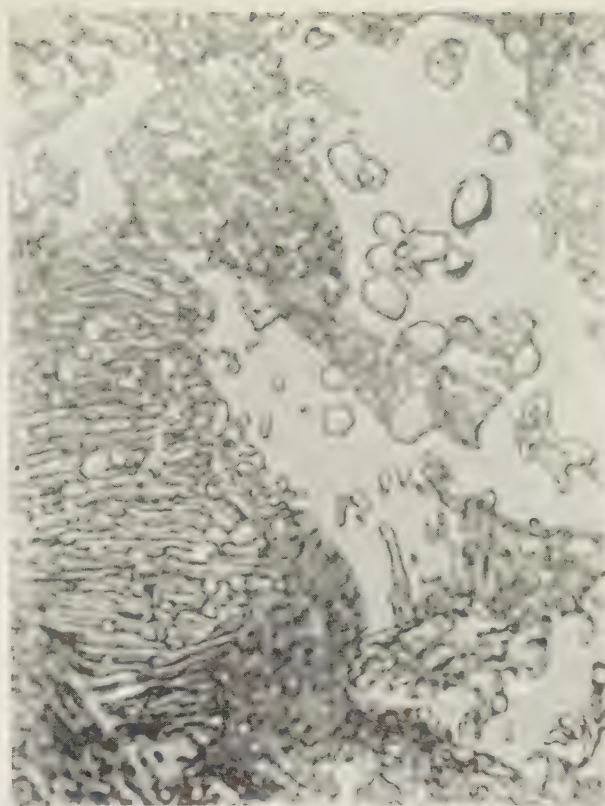


b - x 2 000

fig. 30 - $\lambda = 5 \text{ mm}$ ($T = T_0 + 6^\circ \text{ C}$)



a - x 300

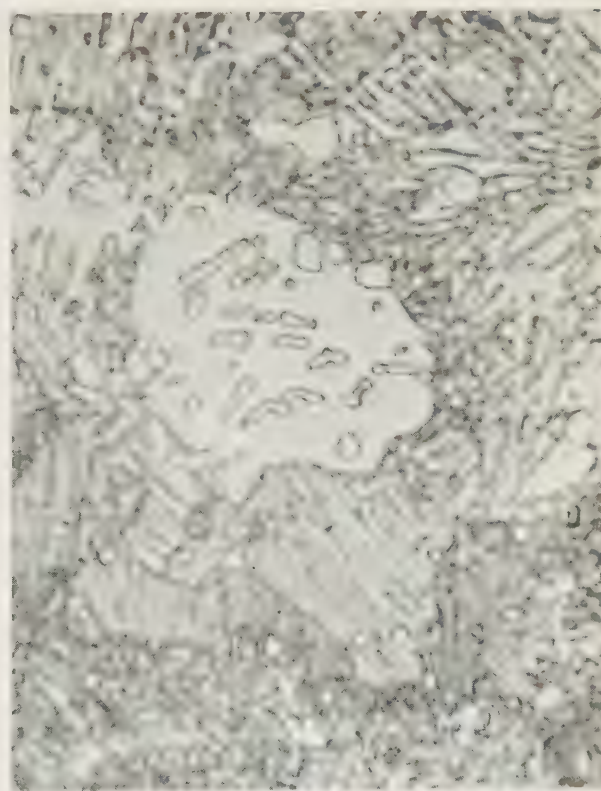


b - x 2000

fig. 31 - $\lambda = 10 \text{ mm}$ ($T = T_0 + 12^\circ \text{ C}$)



a - x 300

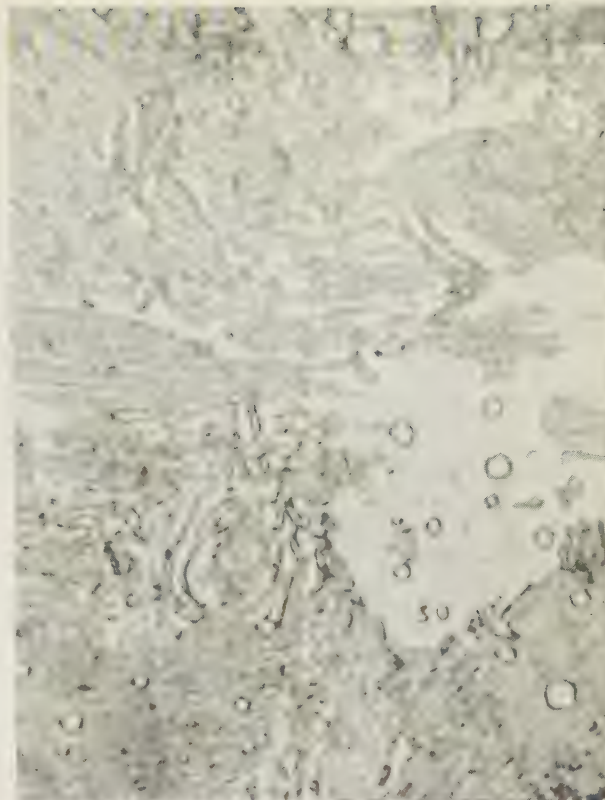


b - x 2000

fig. 32 - $\lambda = 20 \text{ mm}$ ($T = T_0 + 24^\circ \text{ C}$)



a - x 300

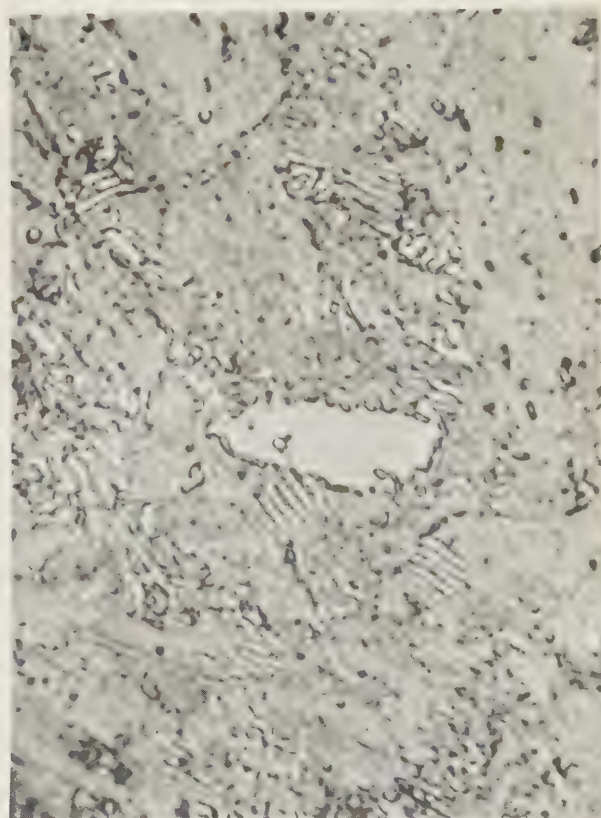


b - x 2000

fig. 33 - $\lambda = 40 \text{ mm}$ ($T = T_0 + 48^\circ \text{ C}$)



a - x 300



b - x 2000

fig. 34 - $\lambda = 65 \text{ mm}$ ($T = T_0 + 78^\circ \text{ C}$)

grossissement plus faible pour éliminer cette erreur possible car alors on ne distingue plus les carbures.

Pour la structure initiale, que nous retrouvons sur l'éprouvette après l'essai thermique au-delà de $l=68\text{mm}$, nous avons trouvé 6% de ferrite alors que si l'on prend pour la composition de l'eutectoïde la valeur couramment admise de 0,85 % de carbone, il ne devrait y en avoir que 3,5 %. L'erreur absolue serait dans ce cas de 2,5 % par excès.

La quantité de cémentite globulaire trouvée pour l'acier entièrement globulisé est de 13,33 % (valeur arrondie à 13 % dans le tableau I). Nous allons déterminer le pourcentage que cet acier devrait théoriquement contenir. La masse spécifique des aciers ordinaires peut être calculée d'après la formule (Gumlich).

$$d = 7,876 - 0,030 \times C$$

ce qui donne, pour notre acier contenant 0,82 % de carbone, $d = 7,852 \text{ g/cm}^3$. 100g de cet acier occupent donc un volume de $12,735 \text{ cm}^3$. La masse de cémentite contenue dans ces 100 g est de $\frac{179,55 \times 0,82}{12} = 12,278\text{g}$. La masse spécifique de la cémentite étant de $7,694 \text{ g/cm}^3$ (38), le volume occupé par la cémentite dans les 100 g d'acier est de $1,596 \text{ cm}^3$. Le pourcentage de cémentite est donc de $\frac{1,596}{12,735} \times 100 = 12,53 \%$. L'erreur absolue commise serait ainsi de + 0,8 %.

Pour ces deux cas extrêmes nous connaissons l'erreur absolue commise en utilisant cette méthode. Pour tous les cas intermédiaires elle ne peut pas être calculée. Cette erreur provient de l'erreur systématique signalée plus haut et qui fait compter de la ferrite entrant dans la constitution de la perlite, pour de la ferrite libre. Elle provient en outre des erreurs accidentelles qui font confondre certains constituants avec d'autres ; par exemple, il est assez difficile d'identifier les carbures, particulièrement ceux qui sont situés à l'intérieur de la perlite. Elle provient enfin du fait que ces déterminations sont faites sur une seule micrographie d'une section déterminée et, bien que nous ayons choisi, pour la photographie, la partie qui nous paraissait la plus représentative de la

section, il se peut qu'elle ne corresponde pas exactement à la composition moyenne de cette section. Pour approcher la valeur réelle de l'erreur avec une certaine probabilité il nous faudrait appliquer la méthode statistique à chaque section, c'est-à-dire effectuer la détermination sur un certain nombre, dix par exemple, de photographies prises sur la même section. C'est ce qui a été fait pour la section correspondant à $l = 5\text{mm}$. Le plat de l'éprouvette ayant $13,5\text{ mm}$ de largeur nous avons pris des photographies à des intervalles de 1mm , la première et la dernière étant à $2,25\text{mm}$ du bord correspondant pour éviter la zone décarburée. Les résultats sont portés dans les tableaux II à V.

Nous calculons, pour chaque constituant, l'écart type σ et l'écart moyen σ_m :

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad \sigma_m = \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$$

n = nombre de résultats individuels = 10.

t étant un coefficient donné par la table de Fischer (39) (pour $P = 0,05$ et $N = n - 1 = 9$ on a $t = 2,262$) toute mesure a 95 % de chances (probabilité $P = 0,05$) de se trouver dans les limites

$$\bar{x} \pm \sigma t = \bar{x} \pm 2,262 t$$

et la valeur moyenne vraie a 95 % de chances de se trouver dans les limites

$$\bar{x} \pm \sigma_m t = \bar{x} \pm 2,262 \sigma_m$$

Les résultats sont donnés dans le tableau VI.

Si nous comparons les résultats obtenus pour les quatre éléments de structure (tableau I) sur une seule micrographie, celle de la section $l = 5\text{mm}$, aux limites correspondantes déduites de l'examen systématique de dix micrographies de la même section, nous voyons que ces résultats se trouvent tous à l'intérieur des limites correspondant à une probabilité $P = 0,05$.

Tableau I

l mm	$T_1 - T_0$ °C	% perlite lamellaire	%Fe ₃ C glob. dans perlite lamellaire	% ferrite libre	%Fe ₃ C glob. dans ferrite libre
<0		0	0	87	13
1	1,2	37	1	55	7
2	2,4	51	1,5	43	4,5
3	3,6	60	1,5	35	3,5
4	4,8	65	1,5	30	3,5
5	6	73	1	24	2
10	12	83	1	14	2
20	24	87	1	11	1
40	48	91	0,5	8	0,5
65	78	95	traces	5	traces
68	81,6	94	0	6	0

Tableau II

Photo N°	x% de perlite lamellaire	$x - \bar{x}$		$(x - \bar{x})^2$
		+	-	
1	70		1,896	3,594816
2	72,66	0,764		0,583696
3	71,66		0,236	0,055696
4	73,33	1,434		2,056356
5	73,66	1,764		3,111696
6	71		0,896	0,802816
7	70,66		1,236	1,527696
8	71,66		0,236	0,055696
9	71,33		0,566	0,320356
10	73	1,104		1,218816
Σ	718,96	5,066	5,066	13,327640
Moyenne $\bar{x}$	71,896			

Tableau III

Photo N°	x% de Fe ₃ C glob. dans la perlite lamellaire	x - $\bar{x}$		(x - $\bar{x}$) ²
		+	-	
1	0,66		0,603	0,363609
2	1,33	0,067		0,004489
3	1,33	0,067		0,004489
4	1		0,263	0,069169
5	1,33	0,067		0,004489
6	1,66	0,397		0,157509
7	1,66	0,397		0,157509
8	1		0,263	0,069169
9	1,66	0,397		0,157509
10	1		0,263	0,069169
Σ	12,63	1,392	1,392	1,057110
Moyenne $\bar{x}$	1,263			

Tableau IV

Photo N°	x % de ferrite libre	x - $\bar{x}$		(x - $\bar{x}$) ²
		+	-	
1	27	3,07		9,4249
2	23,66		0,27	0,0729
3	23		0,93	0,8649
4	22,66		1,27	1,6129
5	23		0,93	0,0729
6	24	0,07		0,0049
7	24,66	0,73		0,5329
8	24,66	0,73		0,5329
9	23,66		0,27	0,0729
10	23		0,93	0,8649
Σ	239,30	4,60	4,60	14,0570
Moyenne $\bar{x}$	23,93			

Tableau V

Photo N°	% de Fe ₃ C glob. dans la ferrite	x - $\bar{x}$		(x - $\bar{x}$) ²
		+	-	
1	2,33		0,501	0,251001
2	2,33		0,501	0,251001
3	3,33	0,499		0,249001
4	3	0,169		0,028561
5	2		0,831	0,690561
6	3,33	0,499		0,249001
7	3	0,169		0,028561
8	2,66		0,171	0,029241
9	3,33	0,499		0,249001
10	3	0,169		0,028561
Σ	28,31	2,004	2,004	2,054490
Moyenne $\bar{x}$	2,831			

Tableau VI

	σ	σ_m	Limites pour toute mesure (P = 0,05)	Limites pour la valeur moyen. vraie (P = 0,05)
Perlite lamel- laire	1,1216	0,384	71,9 $\pm$ 2,78	71,9 $\pm$ 0,9
Fe ₃ C globulaire dans la perlite lamellaire	0,3427	0,1083	1,26 $\pm$ 0,77	1,26 $\pm$ 0,24
Ferrite libre	1,2497	0,3952	23,93 $\pm$ 2,83	23,93 $\pm$ 0,89
Fe ₃ C globulaire dans la ferrite libre	0,4777	0,1510	2,83 $\pm$ 1,08	2,83 $\pm$ 0,34

Les courbes établies d'après les résultats du tableau I (fig.35 et 36) donnent pour la valeur $l = 5\text{mm}$ les valeurs suivantes :

- perlite lamellaire : 71,5 %
- Fe_3C globulaire dans la perlite lamellaire ... : 1,4 %
- ferrite libre : 24 %
- cémentite globulaire dans la ferrite : 2,7 %

Nous voyons qu'elles sont comprises à l'intérieur des limites correspondantes, soit respectivement $71,9 \pm 0,9$, $1,26 \pm 0,24$, $23,93 \pm 0,89$ et $2,83 \pm 0,34$, établies avec 95 % de chances pour la valeur moyenne vraie. Ceci nous montre que la courbe construite à partir d'une seule estimation par section passe cependant à l'intérieur des limites de la valeur moyenne vraie.

Ces courbes montrent qu'entre $l = 0$ et $l = 10\text{ mm}$, la quantité de perlite lamellaire (courbe 1, fig.35) croît rapidement alors que la quantité de ferrite libre (courbe 1, fig.36) et celle de cémentite globulaire dans la ferrite libre (courbe 2, fig.36) décroissent rapidement. Au-delà de $l = 10\text{mm}$ jusqu'à $l = 68\text{mm}$, la variation de la quantité de chacun de ces trois constituants se poursuit respectivement dans le même sens que précédemment mais devient lente.

Par contre la courbe 2 de la figure 35 qui donne le pourcentage de cémentite globulaire dans la perlite lamellaire, présente un maximum. Nous pouvons expliquer ce maximum de la façon suivante :

De $l = 0$ jusqu'à $l = 3\text{mm}$ (abscisse du maximum) la quantité d'austénite formée (qui au refroidissement donne de la perlite lamellaire) augmente rapidement et par conséquent englobe une quantité croissante de cémentite malgré la dissolution progressive de celle-ci. Au-delà de $l = 3\text{mm}$ la dissolution de la cémentite devient relativement plus importante que la formation d'austénite et par suite la quantité de cémentite globulaire dans la perlite lamellaire va en décroissant.

D'après ces résultats l'existence sur l'éprouvette d'un domaine de transition qui correspond à un intervalle de température de $81,5^\circ\text{C} \pm 2,5$ ne fait donc pas de doute.

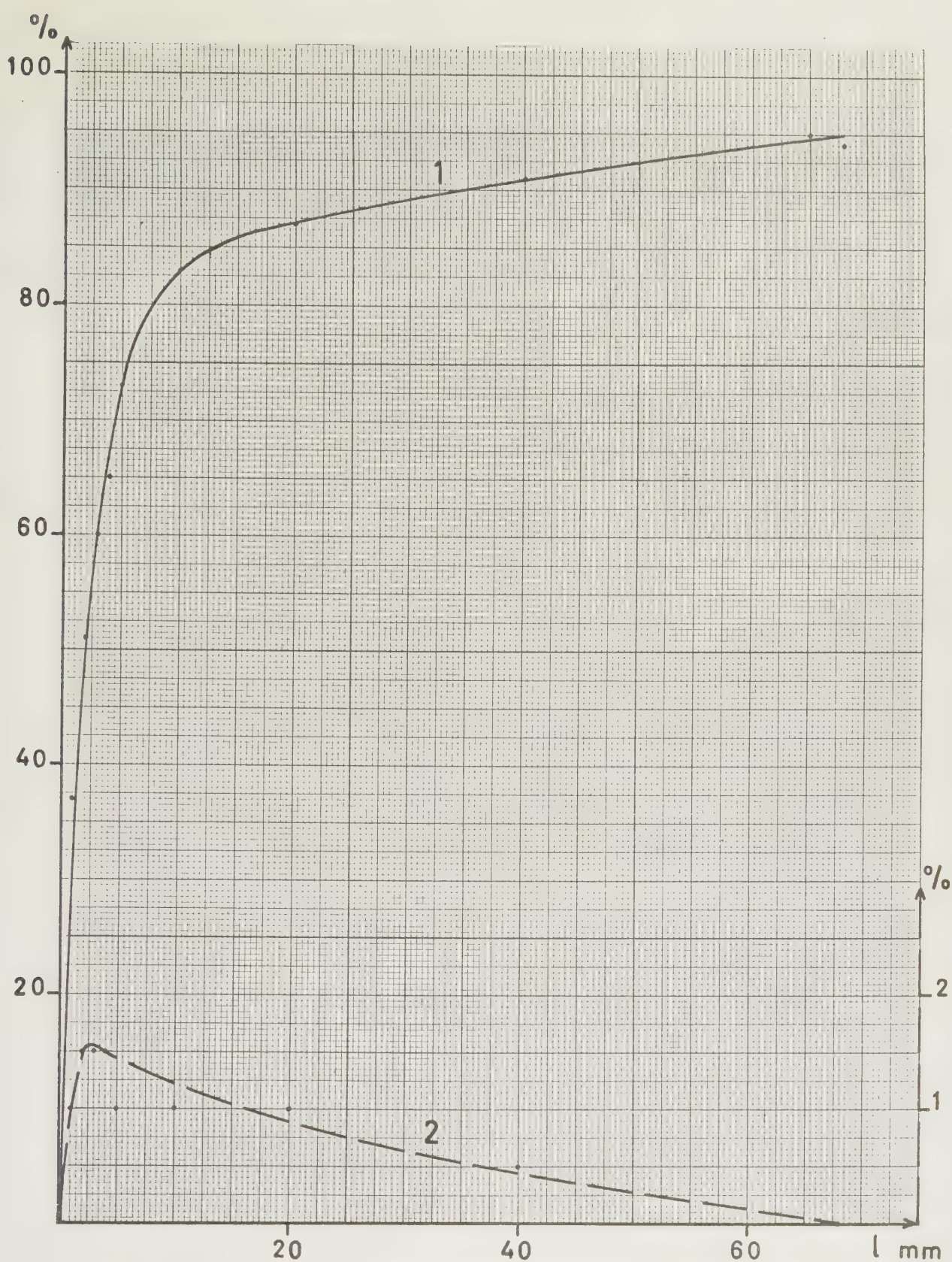


Fig. 35 - Pourcentages de : a) perlite lamellaire (courbe 1),
b) cémentite globulaire dans la perlite lamellaire (courbe 2),
déterminés à froid, après l'essai thermique, en fonction de l'abscisse l des points de l'éprouvette.

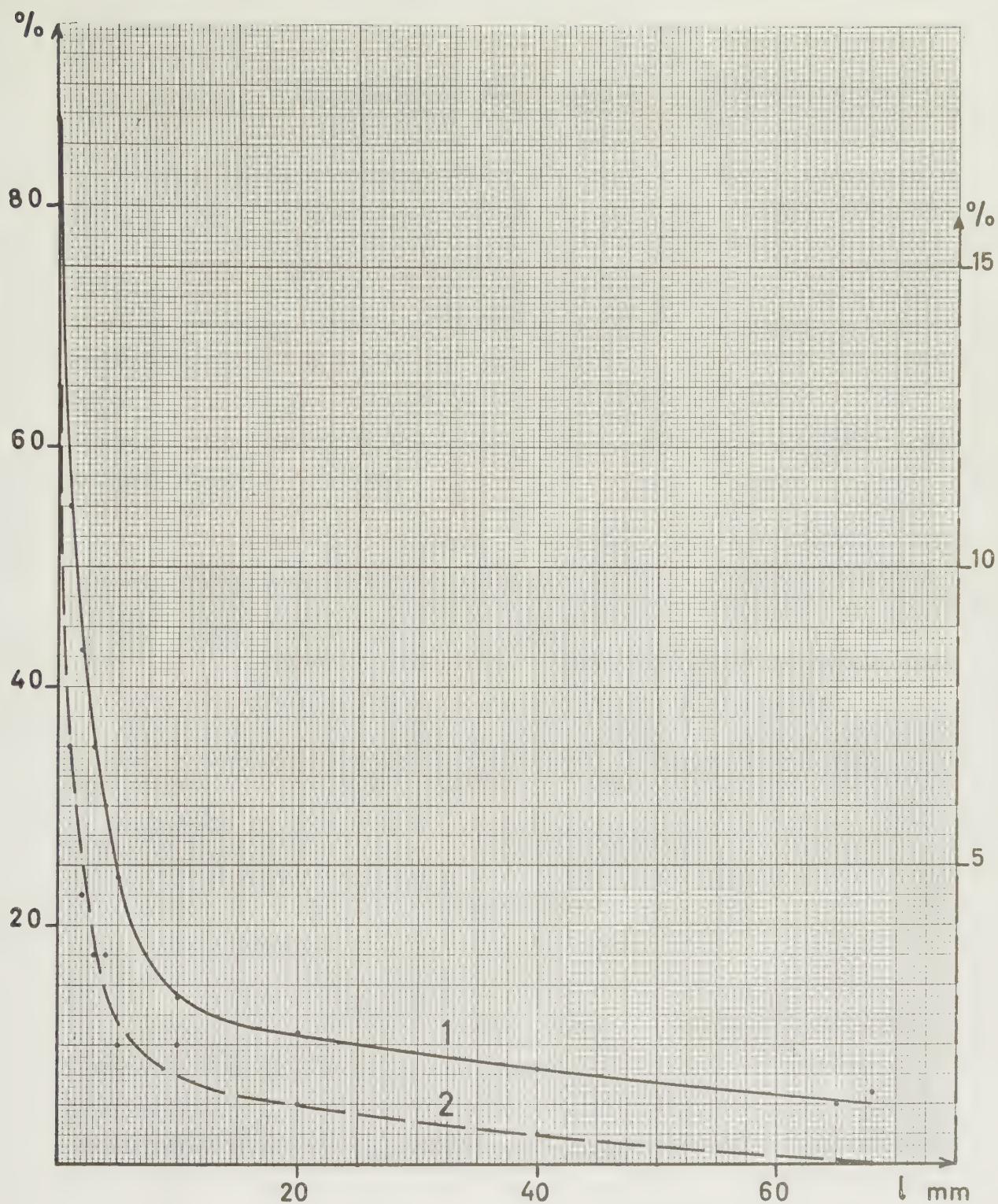


Fig. 36 - Pourcentages de : a) ferrite libre (courbe 1),
 b) cémentite globulaire dans la ferrite
 libre (courbe 2),
 déterminés à froid, après l'essai thermique, en fonction de
 l'abscisse l des points de l'éprouvette.

6 - Interprétation des résultats de l'examen micrographique

Nous avons utilisé l'hypothèse d'Hultgren pour tenter d'expliquer les observations faites sur les micrographies (fig.24 à 34) mais elle ne paraît pas le permettre. En effet, d'après cette théorie, quand la dernière trace de ferrite disparaît il reste de la cémentite, et l'austénite est hétérogène ; cette austénite est hypereutectoïde au contact des globules de cémentite et, sa teneur en carbone décroissant quand on s'éloigne de la cémentite, elle devient hypoeutectoïde dans la région centrale entre les globules de cémentite. Si l'acier est alors refroidi lentement il doit y avoir deux précipitations proeutectoïdes différentes :

a) Dépôt de Fe_3C dans l'austénite hypereutectoïde, dépôt qui va se former sur les globules de cémentite existant qui servent d'amorce de précipitation.

b) Dépôt de ferrite dans l'austénite hypoeutectoïde, c'est-à-dire dans les régions éloignées des globules de cémentite.

Quand on atteint la température A_{r_1} l'austénite restant entre les globules de cémentite et la ferrite proeutectoïde donne de la perlite lamellaire. Finalement, quand cette transformation est terminée, les globules de cémentite doivent se trouver uniquement dans les zones perlitiques, il ne doit pas y en avoir dans la ferrite. C'est ce que l'on devrait observer par micrographie à froid.

Or, ainsi que nous l'avons fait déjà précisé, dans toutes nos micrographies nous observons des globules de cémentite dans la ferrite. Dans la partie de l'éprouvette comprise entre les points d'abscisses $l = 0$ et $l = 48\text{mm}$, la quantité de cémentite globulaire contenue dans la ferrite est même plus grande que celle contenue dans la perlite lamellaire, et ceci bien qu'au point $l = 40\text{mm}$, où la température pendant l'essai était supérieure de 48°C à celle du début de la transformation, la quantité de perlite lamellaire (91 %) soit nettement plus élevée que celle de ferrite libre (8 %).

L'interprétation de nos observations nécessite donc d'autres hypothèses que celles qui relèvent de la théorie d'Hultgren.

6-1 Première hypothèse :

D'après les micrographies la transformation paraît avancer progressivement, la perlite globulaire diminuant de façon continue et la perlite lamellaire augmentant graduellement. Il nous semble plausible d'admettre que la quantité d'austénite formée à une température donnée est égale à la quantité de perlite lamellaire observée à froid au point correspondant. Il en découle que la transformation $\text{Fe}\alpha + \text{Fe}_3\text{C} \longrightarrow$ austénite occupe tout l'intervalle de température, c'est-à-dire que ferrite et cémentite disparaissent simultanément.

Une telle hypothèse serait donc en contradiction avec toutes les données bibliographiques concernant cette transformation. Comme par ailleurs la théorie d'Hultgren ne nous a pas permis d'interpréter nos observations, nous sommes amenés à faire d'autres essais pour tenter d'élucider ce problème. Dans ce but nous avons utilisé la dilatométrie et les examens micrographiques après trempe.

6-2 Dilatométrie :

En utilisant toujours le même acier à 0,82 % de carbone, nous avons fait une série d'essais de dilatométrie avec les vitesses de chauffe suivantes : 300°C/h , 150°C/h , 37,5°C/h , 9,5°C/h , 2,5°C/h , 0,6°C/h , 0,12°C/h.

Les figures 37 et 38 correspondent respectivement aux courbes de dilatométrie directe et différentielle obtenues avec une vitesse de chauffe de 0,12°C/h.

L'intervalle de température entre le début et la fin de la contraction décroît légèrement avec la vitesse de chauffe et devient constant, aux erreurs de mesure près, pour les quatre dernières vitesses, comme le montre le tableau VII. Dans ce tableau nous avons porté, pour chaque vitesse de chauffe, l'intervalle Δx mm entre les abscisses du début et de la fin de la contraction (fig.40a) et l'intervalle de température $\Delta T^\circ\text{C}$ correspondant ($1\text{mm} = 9,67^\circ\text{C}$).

Tableau VII

Vitesse de chauffe en °C/h	300	150	37,5	9,5	2,5	0,6	0,12
$\Delta x \text{ mm } \pm 0,1$	2	1,9	1,6	1,25	1,3	1,2	1,2
$\Delta T^{\circ}\text{C } \pm 1$	19,3	18,4	15,5	12,1	12,6	11,6	11,6

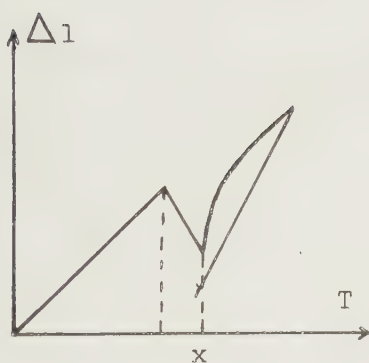


Fig. 40a

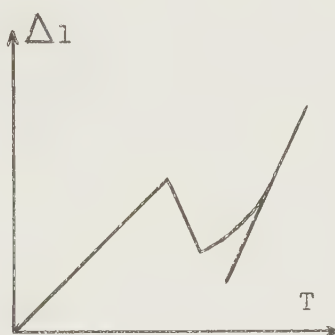


Fig. 40c

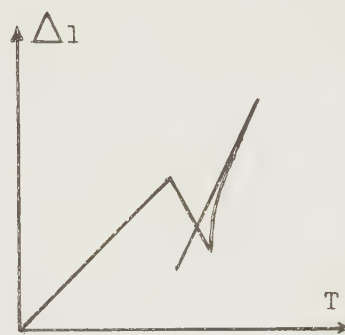


Fig. 40b

Nous avons d'autre part effectué un essai de dilatométrie différentielle (fig. 39) avec une vitesse de chauffe de 1°C/h et, une fois une partie de la contraction réalisée, nous avons maintenu la température constante pendant 142 heures. La contraction a cessé pendant toute la durée du maintien isotherme et n'a repris que lorsque la température a été élevée à nouveau. Il ne fait donc pas de doute que la contraction exige bien un intervalle de température pour s'effectuer totalement. Cet intervalle est de $11,6^{\circ}\text{C} \pm 1$ valeur donnée par les deux essais aux plus faibles vitesses, comme le montre le tableau VII.

Considérons les courbes dilatométriques des figures 37 et 38. Nous voyons qu'après la contraction, la dilatabilité d'abord supérieure

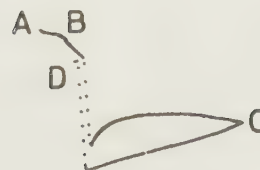
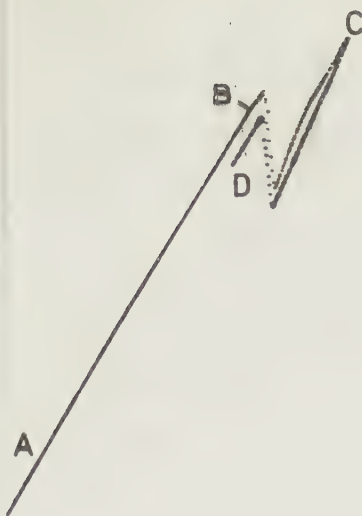


Fig.37 - Courbe de dilatométrie directe Fig.38 - Courbe de dilat. différentielle
Eprouvette d'acier eutectoïde
AB - Chauffage à la vitesse de 150°C/h - BC - Chauffage à la vitesse de $0,12^{\circ}\text{C/h}$
CD - Refroidissement à la vitesse de $0,12^{\circ}\text{C/h}$



Fig.39 - Courbe de dilat. différ. avec périodes de maintien à température constante
Eprouvette d'acier eutectoïde
AB - Chauffage à la vitesse de 150°C/h - BD - Chauffage à la vitesse de 1°C/h
CD - Contraction partielle - DE - Maintien à température constante pendant 142 h
EF - Chauffage à la vitesse de 1°C/h - En F fin de la contraction
FG - Maintien à température const. pendant 142 h - GH - Chauffage à la vit. de 1°C/h
HI - Maintien à température constante pendant 170 h.

à celle de l'austénite va ensuite en diminuant et devient inférieure à celle de l'austénite (la dilatabilité de l'austénite nous est donnée par le début de la courbe de refroidissement).

Nous avons déjà vu (§ 2-1-2) que la contraction est en général attribuée à la transformation totale de la ferrite en austénite avec dissolution partielle des carbures, et que la forte dilatabilité qui suit est imputée à la dissolution des carbures résiduels dans l'austénite. Cette interprétation paraît plausible si l'on ne considère que la partie de la courbe correspondant à la contraction et à la forte dilatabilité qui suit ; cependant elle conduit à une courbe ayant l'allure de la figure 40b car elle ne tient pas compte de la partie de la courbe réelle où la dilatabilité devient inférieure à celle de l'austénite. Cette interprétation est pour le moins incomplète.

Confrontons maintenant notre hypothèse, d'après laquelle le pourcentage de perlite lamellaire observé à froid après l'essai en un point de l'éprouvette est égal à celui d'austénite formée en ce point pendant l'essai, aux résultats de la dilatométrie. Pour cela situons d'abord sur la courbe 1 de la figure 35 le point correspondant à la température de la fin de la contraction. T_0 étant la température du début de la transformation, celle de la fin de la contraction est $T_0 + 11,6^\circ\text{C} \pm 1$. L'abscisse du point de la courbe 1 correspondant à cette température est $l = 9,7 \text{ mm} \pm 0,8$; son ordonnée est $82,5 \pm 1 \%$ de perlite lamellaire. Ce point correspond à la fin de la première partie de la courbe où l'augmentation du pourcentage de perlite lamellaire est très rapide en fonction de la température (83 % sur 10 mm soit 12°C) alors que cette augmentation devient très lente dans la 2ème partie de la courbe (12 % sur 58 mm soit 70°C).

Ainsi en partant de notre hypothèse et en utilisant la courbe 1 de la figure 35 nous pouvons supposer que :

a) il y a contraction entre T_0 et $T_0 + 11,6^\circ\text{C}$ par suite de la formation d'une grande quantité d'austénite ;

b) entre $T_0 + 11,6$ et $T_0 + 81,5^\circ\text{C}$ la formation d'austénite devenant très faible en fonction de l'élévation de température, la con-

traction qui en résulte est elle-même très faible et devient inférieure à la dilatation des éléments ne subissant pas de transformation. Dans ce cas la résultante est une dilatation, mais cette dilatation est inférieure à celle qu'aurait l'éprouvette si elle était entièrement austénitique.

c) au-dessus de $T_0 + 81,5^\circ\text{C}$ la dilatation est celle de l'austénite.

L'allure de la courbe de dilatométrie d'après cette hypothèse serait celle de la figure 40c. Nous voyons qu'elle s'écarte encore plus de la courbe réelle que la courbe 40b. Notre hypothèse ne paraît donc pas satisfaisante car elle ne permet pas d'expliquer tous les phénomènes observés dans la dilatométrie. Nous allons voir s'il en est de même pour la micrographie après trempe.

6-3 Examen micrographique après trempe :

Nous avons placé dans le four du dilatomètre, dans la zone où se trouve l'éprouvette de dilatométrie, une série de petits cylindres ayant une longueur de 10 mm et un diamètre de 5 mm. Ces cylindres étaient enfermés dans des ampoules de silice scellées sous vide pour éviter l'oxydation. Ces cylindres ont été trempés à l'eau à partir de températures repérées sur la courbe de dilatométrie.

Pour la température correspondant à la fin de la contraction, l'éprouvette présente, après attaque, des carbures répartis sur un fond uniformément coloré qu'il est logique de considérer comme étant entièrement martensitique, ou tout au moins ne renfermant qu'un très faible pourcentage de ferrite non décelable. Donc au-dessus de la température $T_0 + 11,6^\circ\text{C}$ il ne paraît pratiquement plus y avoir de ferrite.

Ce résultat associé à ceux de la dilatométrie nous amène à rejeter notre première hypothèse et à en formuler une deuxième.

6-4 Deuxième hypothèse :

L'austénite formée dans le domaine de transition est homogène, pour une température donnée, et hypoeutectoïde, la teneur en carbone variant avec la température.

Nous supposons qu'elle est homogène parce que nous avons vu (§ 6-1) que le cas contraire est incompatible avec ce que l'examen micrographique nous a révélé. Le fait d'être homogène n'est d'ailleurs pas en contradiction formelle avec la théorie d'Hultgren. En effet, elle peut fort bien être hétérogène lors de sa formation mais devenir homogène pendant les 200 heures de maintien isotherme.

Quant au fait de supposer cette austénite hypoeutectoïde, il se justifie par la présence de carbures globulaires dans la perlite lamellaire : dans les régions austénitiques il y avait donc des carbures non dissous alors que l'acier ne contient que 0,82 % de carbone. Il en découle que la quantité de perlite lamellaire observée en un point de l'éprouvette est inférieure à la quantité d'austénite qui s'était formée en ce point pendant l'essai. Nous allons essayer d'évaluer ce pourcentage d'austénite à partir de la mesure du pourcentage de perlite lamellaire. Nous évaluerons également le pourcentage de ferrite non transformée.

Ces évaluations comporteront une incertitude qui résulte des erreurs inhérentes au mode de détermination du pourcentage des différents éléments de structure (Tableau VI).

6-4-1 : Calcul du pourcentage d'austénite formée en fonction de l :

Nous relevons d'abord sur les courbes de la figure 35 le pourcentage de la perlite lamellaire et celui de la cémentite globulaire située dans la perlite lamellaire. Voici le détail du calcul pour un point de l'éprouvette d'abscisse $l = 1$ mm.

Les courbes de la figure 35 donnent : 1 % de cémentite globulaire située dans la perlite lamellaire et 37 % de perlite lamellaire. Le pourcentage P_1 de cémentite globulaire dans les régions occupées par ces deux éléments de structure est donc :

$$\frac{1}{1 + 37} \times 100 = 2,63 \%$$

Dans ces régions qui étaient occupées par l'austénite, il restait donc 2,63 % de carbures non dissous. Or d'après la courbe 2 de la figure 36 l'acier utilisé contenait initialement 13 % de cémentite

globulaire pour une teneur en carbone de 0,82 %. L'austénite a ainsi dissous :

$$13 - 2,63 = 10,37 \text{ \% de cémentite}$$

et sa teneur en carbone est de :

$$\frac{0,82 \times 10,37}{13} = 0,65 \text{ \%}$$

Pour un acier eutectoïde la teneur en carbone est de 0,85 % et dans ce cas la quantité totale de cémentite que nous aurions trouvée serait de :

$$\frac{13 \times 0,85}{0,82} = 13,5 \text{ \%}$$

Il en résulte que la quantité d'austénite qui s'était formée correspond à :

$$\frac{37 \times 13,5}{10,37} = 47,2 \text{ \%}$$

Nous avons effectué ces calculs pour différentes valeurs de l (tableau VIII)

6-4-2 : Calcul du pourcentage de ferrite non transformée

Toujours pour le point d'abscisse $l = 1 \text{ mm}$, nous trouvons sur les courbes de la figure 36 qu'il y a 7 % de cémentite globulaire située dans la ferrite libre et 55 % de ferrite libre. Le pourcentage P_2 de cémentite globulaire dans les régions occupées par ces deux éléments de structure est de :

$$\frac{7}{7 + 55} \times 100 = 11,3 \text{ \%}$$

Le pourcentage total de cémentite globulaire est de :

$$1 + 7 = 8 \text{ \%}$$

et celui de l'austénite formée plus la cémentite globulaire :

$$47,2 + 8 = 55,2 \text{ \%}$$

Il resterait donc en ce point à la température de l'essai :

$$100 - 55,2 = 44,8 \text{ \% de ferrite.}$$

Tableau VIII

l mm	% Fe ₃ C glob. situé dans perlite	% perlite lamellaire	P ₁	%Fe ₃ C dis- sous dans γ	% de car- bone dans γ	% de γ
0		0				0
1	1	37	2,63	10,37	0,65	47,2
2	1,45	51	2,76	10,24	0,64	64,5
3	1,55	60	2,52	10,48	0,66	77,3
4	1,5	67	2,19	10,81	0,68	83,6
5	1,45	73	1,95	11,05	0,70	89,2
6	1,4	77	1,79	11,21	0,71	93,6
7	1,35	79	1,68	11,32	0,71	94,2
8	1,3	80,5	1,59	11,41	0,72	95,2
9	1,25	82	1,5	11,5	0,73	96,3
10	1,2	83	1,43	11,57	0,73	96,8
12,5	1,1	84,8	1,28	11,72	0,74	97,1
15,5	1	86	1,15	11,85	0,75	98
20	0,87	87	0,98	12,02	0,76	97,7
30	0,65	89,2	0,72	12,28	0,775	98,1
40	0,45	91	0,49	12,51	0,80	98,2
60	0,1	94	0,11	12,89	0,81	98,4
68	0	95	0	13	0,82	100

Tableau IX

l mm	% Fe ₃ C glob. ds Fe α	% Fe α libre à froid	P ₂	% Fe ₃ C glob. total	% Fe ₃ C glob. total + % γ	% ferrite à la T° de l'essai	% ferrite proeutec- toïde
0	13	87	13	13		87	0
1	7	55	11,3	8	55,2	44,8	10,2
2	5	43	10,4	6,45	70,95	29,05	13,95
3	3,7	35	9,6	5,25	82,55	17,45	17,65
4	2,9	29	9,1	4,4	88	12	17
5	2,43	24	9,2	3,88	93,08	6,92	17,08
6	2,12	20	9,6	3,52	97,12	2,88	17,12
7	1,9	18	9,5	3,25	97,45	2,55	15,45
8	1,7	16,3	9,4	3	98,2	1,8	14,5
9	1,58	15,2	9,4	2,83	99,13	0,87	14,33
10	1,45	14,2	9,3	2,65	99,45	0,55	13,65
12,5	1,34	12,5	9,4	2,4	99,5	0,5	12
15,5	1,14	11,5	9	2,14	100,14	- 0,14	11,64
20	1	10,7	8,5	1,87	99,57	0,43	10,27
30	0,7	9,1	7,1	1,35	99,45	0,55	8,55
40	0,47	8	5,5	0,92	99,12	0,88	7,12
60	0,1	5,7	1,7	0,2	98,6	1,4	4,3
68	0	5	0	0	100	0	5

L'austénite formée est hypoeutectoïde. Pendant le refroidissement qui suit la fin de l'essai, cette austénite donne un dépôt de ferrite proeutectoïde qui s'ajoute à la ferrite qui ne s'était pas transformée à la température de l'essai. Le pourcentage de cette ferrite proeutectoïde est donc :

$$55 - 44,8 = 10,2 \%$$

Les résultats pour différentes valeurs de l sont portés dans le tableau IX.

6-4-3 : Considérations sur ces résultats :

Les figures 41 et 42 représentent les résultats des tableaux VIII et IX.

Voici nos remarques :

- 1°) A partir du point $l = 10 \text{ mm} \pm 1$ il n'y a plus de ferrite à la température de l'essai ($T_0 + 12^\circ\text{C} \pm 1,2$).

La transformation de la ferrite en austénite se fait donc dans un intervalle de $12^\circ\text{C} \pm 1,2$.

- 2°) La teneur en carbone de l'austénite augmente rapidement (0,60 à 0,73 %) dans cet intervalle de 12°C qui suit le début de la transformation, alors que le pourcentage d'austénite formée augmente lui aussi très rapidement (de 0 à 97 %). Ceci implique une dissolution très rapide des carbures dans cet intervalle de 12°C , ce que l'on constate d'ailleurs sur la courbe donnant le pourcentage total de cémentite globulaire (la quantité de cémentite passe de 13 à 2,65 %).

Aux températures plus élevées où il ne reste plus de ferrite, la dissolution des carbures résiduels devient plus lente et la teneur en carbone de l'austénite s'accroît également moins vite.

- 3°) On trouve de la cémentite jusqu'au point $l = 68 \text{ mm} \pm 2$ à la température de l'essai ($T_0 + 81,5^\circ\text{C} \pm 2,5$).

La dissolution de la cémentite s'étend donc sur un intervalle de $81,5^\circ\text{C} \pm 2,5$.

- 4°) Le pourcentage P_2 de cémentite globulaire dans la ferrite libre observée à froid, décroît constamment quand l augmente.

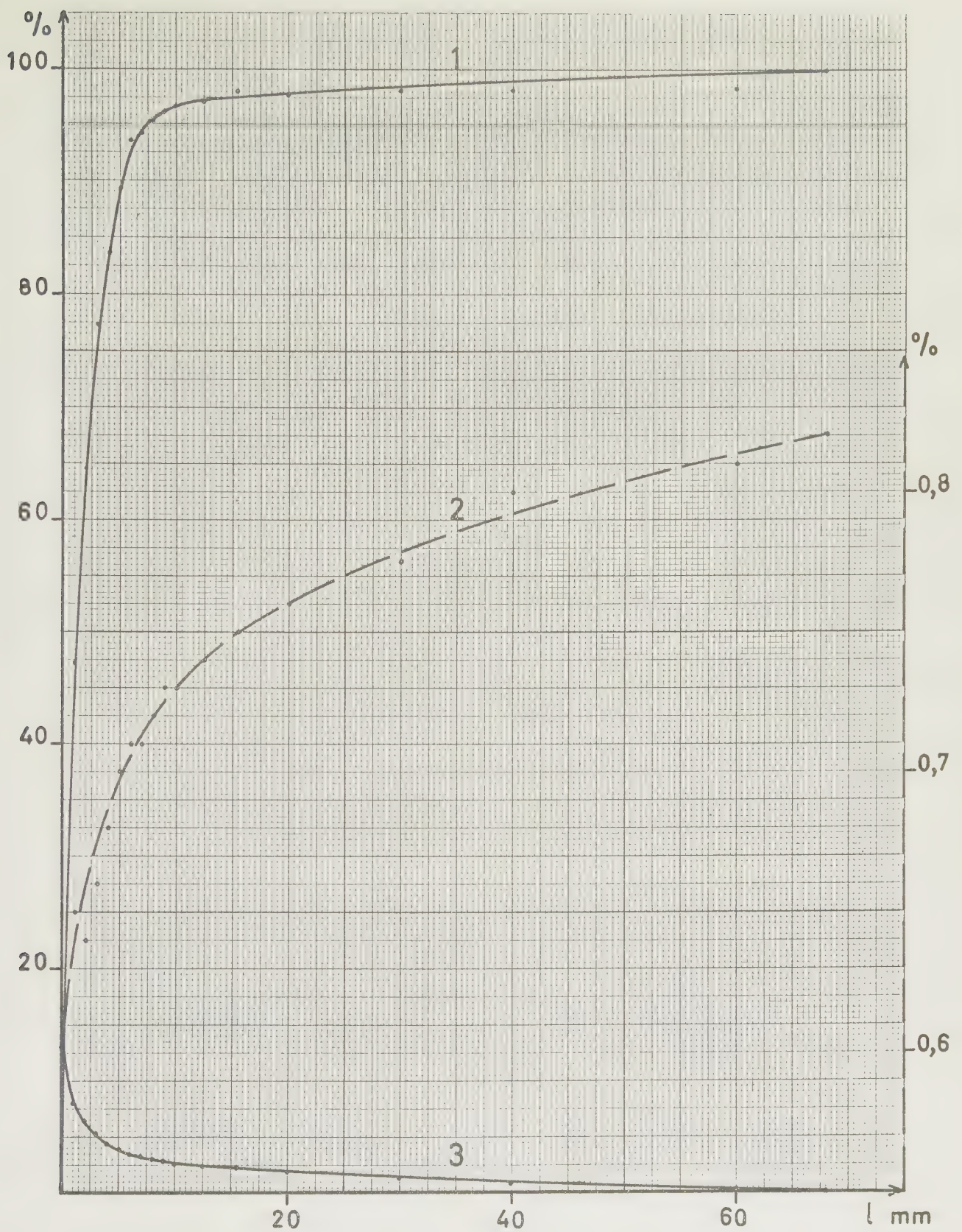


Fig. 41 - Pourcentages : a) d'austénite (courbe 1),
 b) de carbone dans l'austénite (courbe 2),
 c) de cémentite globulaire totale (courbe 3),
 pendant l'essai thermique, calculés en fonction de l'abscisse
 l des points de l'éprouvette.

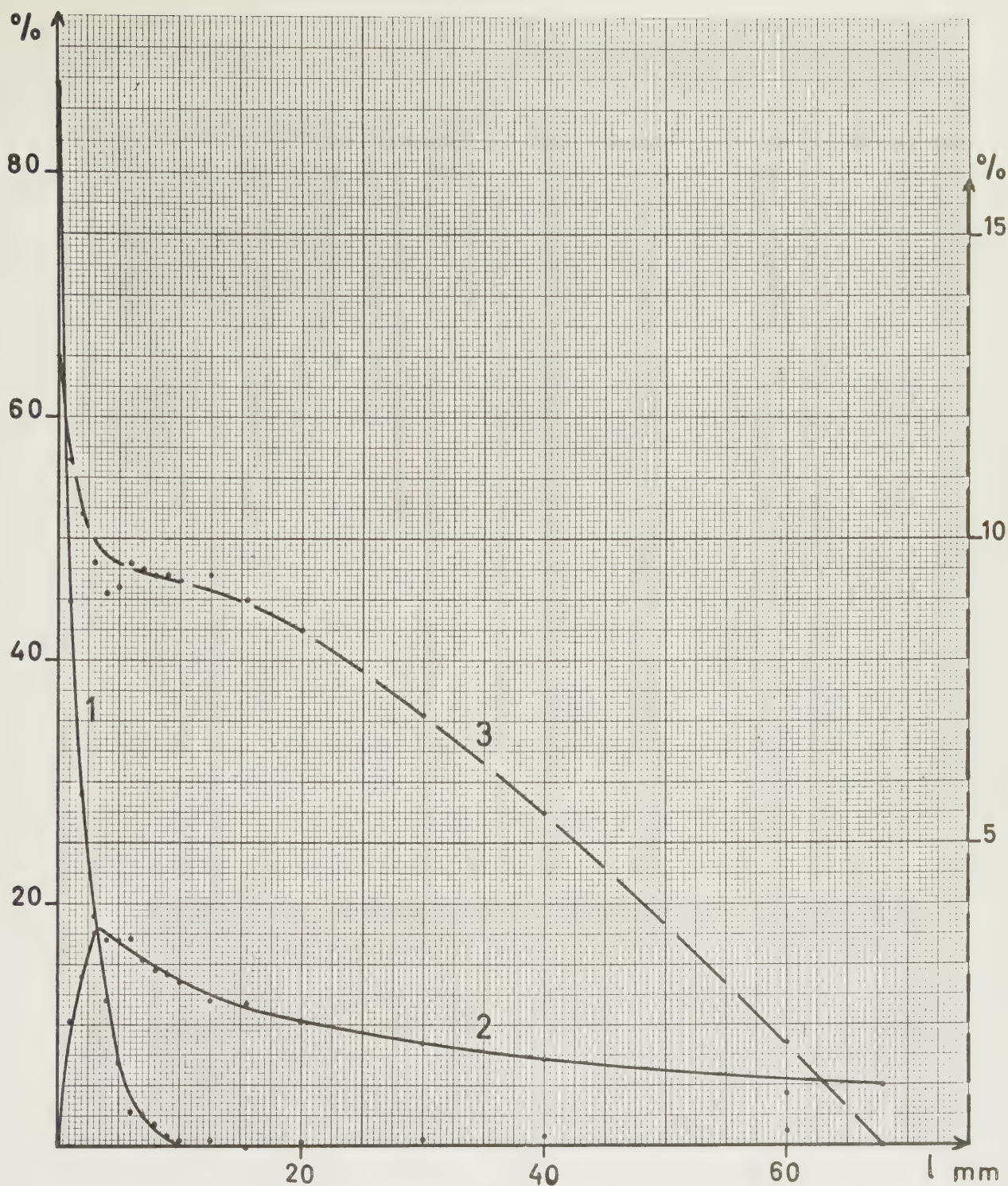


Fig. 42 - Pourcentages de : a) ferrite à la température de l'essai thermique (courbe 1),
 b) ferrite proeutectoïde formée pendant le refroidissement qui a suivi l'essai thermique (courbe 2),
 c) cémentite globulaire dans les plages constituées à froid, après l'essai thermique, par de la ferrite libre et de la cémentite globulaire (courbe 3),
 calculés en fonction de l'abscisse l des points de l'éprouvette.

Ces résultats s'accordent bien avec ceux obtenus par micrographie des éprouvettes trempées et en partie avec les résultats de la dilatométrie (la faible dilatabilité de la troisième partie de la courbe reste inexpliquée). Il reste à vérifier s'ils permettent d'interpréter les observations micrographiques effectuées sur l'éprouvette de conductibilité thermique.

6-4-4 : Interprétation, à l'aide des résultats des calculs, de l'aspect micrographique de l'éprouvette de conductibilité thermique :

6-4-4-1 : $0 < l < 10 \text{ mm}$ ($T_0 < T < T_0 + 12^\circ\text{C}$)

Dans cette région de l'éprouvette il doit y avoir pendant l'essai, d'après les résultats des calculs basés sur notre deuxième hypothèse, coexistence de trois phases : la ferrite et la cémentite qui n'ont pas encore été transformées et l'austénite hypoeutectoïde qui s'est formée. La cémentite globulaire située initialement dans la ferrite non transformée s'y trouve toujours, quant à celle qui était située dans les régions devenues austénitiques elle a partiellement disparu et il en reste une certaine quantité puisque l'austénite formée est hypoeutectoïde.

Pendant le refroidissement cette austénite hypoeutectoïde donne lieu à un dépôt de ferrite proeutectoïde, dépôt qui s'effectuera sur la ferrite qui ne s'était pas transformée et qui sert ainsi d'amorce de cristallisation. Pendant que la ferrite se dépose, l'austénite s'enrichit en carbone et elle se transforme en perlite lamellaire lorsque la composition eutectoïde est atteinte. Cette perlite lamellaire ne représente donc qu'une partie de l'austénite qui s'était formée.

Dans ce premier intervalle on conçoit donc très bien qu'après refroidissement il y ait des carbures globulaires dans la ferrite libre, mais la proportion de carbures par rapport à la ferrite (pourcentage P_2) doit diminuer puisque dans les régions n'ayant pas subi la transformation, au mélange initial ferrite + carbure est venu s'ajouter, pendant le refroidissement, le dépôt de ferrite proeutectoïde provenant de l'austénite hypoeutectoïde formée dans les régions

voisines. C'est effectivement ce que le calcul de P_2 nous a montré.

En conclusion notre seconde hypothèse (p.62) permet d'interpréter de manière satisfaisante les résultats des observations micrographiques effectuées dans la partie de l'éprouvette correspondant à $0 < l < 10$ mm.

$$6-4-4-2 : 10 \text{ mm} < l < 68 \text{ mm} (T_0 + 12 < T < T_0 + 81,5^\circ\text{C})$$

Toujours d'après les résultats des calculs basés sur notre deuxième hypothèse, dans cette région de l'éprouvette il n'y a plus que deux phases pendant l'essai : l'austénite hypoeutectoïde homogène pour une température donnée et la cémentite résiduelle dispersée dans l'austénite. Une phase dispersée dans une solution solide pouvant servir d'amorce de cristallisation lorsque cette solution solide donne lieu à un dépôt lors du refroidissement (43), on peut fort bien admettre qu'ici les carbures dispersés dans l'austénite hypoeutectoïde amorceront la précipitation de la ferrite proeutectoïde pendant le refroidissement de cette austénite. Il en résulte que pour cette région de l'éprouvette on observera à froid des carbures globulaires dans de la ferrite libre.

C'est bien ce que nous avons constaté.

6-4-5 : Conclusion

L'hypothèse suivant laquelle l'austénite formée est homogène et hypoeutectoïde, au bout de 200 heures et à toute température du domaine de transition, semble devoir être retenue.

En effet, elle permet une interprétation cohérente des résultats de l'examen micrographique de tout le domaine de transition existant sur l'éprouvette de conductibilité thermique. De plus, les résultats qui en découlent, d'une part concordent avec ceux obtenus par micrographie d'éprouvette trempées et d'autre part permettent une interprétation d'une partie litigieuse de la courbe de dilatométrie.

En ce qui concerne l'éprouvette de conductibilité thermique, il en ressort en particulier :

- 1°) L'existence au chauffage d'un domaine de température pour la transformation eutectoïde ;

- 2°) La division de ce domaine en deux intervalles :

a) de $722,5^{\circ}\text{C} \pm 3$ à $734,5^{\circ}\text{C} \pm 4,2$ il y a coexistence de trois phases : ferrite, cémentite et austénite ;

b) de $734,5^{\circ}\text{C} \pm 4,2$ à $804^{\circ}\text{C} \pm \frac{5,5}{3}$ il y a coexistence de deux phases, cémentite et austénite, la transformation de la ferrite en austénite étant terminée à $734,5^{\circ}\text{C} \pm 4,2$. A une température donnée il y a donc en contact de l'austénite hypoeutectoïde et des carbures sans que ceux-ci puissent se dissoudre.

- 3°) la variation de la teneur en carbone en fonction de la température à l'intérieur de ce domaine.

Ces conclusions valent pour l'acier utilisé qui renferme comme impuretés principales :

Mn : 0,115 % , Ni 0,110 % , Cu : 0,105 % , Cr : 0,055 %
Si : 0,055 %

Remarque :

L'acier utilisé est légèrement hypoeutectoïde, sa teneur en ferrite libre après recuit étant de 5 % aux erreurs de mesure près. On pourrait envisager d'attribuer l'intervalle de 12°C , correspondant à la transformation de toute la ferrite, seulement à la transformation de ces 5 % de ferrite proeutectoïde, la ferrite de la perlite se transformant totalement à température constante. Une telle hypo-

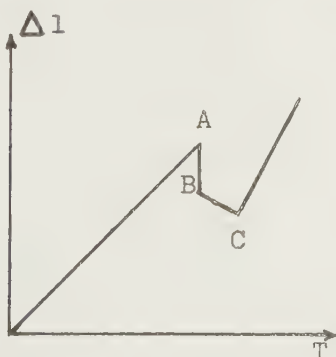


Fig.43

thèse serait infirmée à la fois par les courbes de dilatométrie et par la courbe 1 de la figure 42. En effet, si cette hypothèse était exacte, on devrait avoir sur les courbes de dilatométrie des fig. 37 et 38 une contraction importante à température constante, correspondant à la transformation des 82 % de ferrite eutectoïde (partie AB de la fig.43) ; ensuite il y aurait une

contraction beaucoup plus faible s'étalant sur un intervalle de $11,6^{\circ}\text{C} \pm 1$ et correspondant à la transformation des 5 % des ferrite proeutectoïde (partie BC). Or les figures 37 et 38 révèlent une contraction régulière depuis le début jusqu'à la fin. Rappelons d'autre part que la contraction, observable par élévation de température, est arrêtée dès qu'on maintient la température constante alors même qu'il reste encore une grande quantité de ferrite eutectoïde non transformée (fig.39).

Par ailleurs nous voyons sur la courbe 1 de la figure 42 qu'il ne reste 5 % de ferrite que lorsqu'on atteint le point $l = 5,5 \text{ mm}$ où la température pendant l'essai était supérieure de $6,6^{\circ}\text{C}$ à celle du début de la transformation. Il y a donc manifestement un intervalle de température, au moins égal à $6,6^{\circ}\text{C}$, pour la transformation eutectoïde de cet acier. Mais comme les 5 % de ferrite qui restent ne peuvent pas jouer le rôle de ferrite proeutectoïde car ils sont toujours en présence de cémentite, on peut penser que le fait d'être légèrement hypoeutectoïde n'a pas dû modifier de façon notable la température de fin de transformation de la ferrite de notre acier, par rapport à celle d'un acier contenant les mêmes impuretés mais dont la teneur en carbone serait exactement celle de l'eutectoïde.

Dans ce cas l'intervalle de transformation de la ferrite de notre acier, pour lequel nous avons trouvé une valeur de $12^{\circ}\text{C} \pm 1,2$, serait également celui de la ferrite d'un acier exactement eutectoïde.

Pour vérifier ce point nous avons fait quatre essais de dilatométrie directe aux vitesses de chauffe de 150°C/h , $37,5^{\circ}\text{C/h}$, $2,5^{\circ}\text{C/h}$ et $0,12^{\circ}\text{C/h}$, avec un acier XC 120 ayant la composition suivante : C : 1,2 % , Mn : 0,28 % , Cr : 0,31 % , Ni : 0 , Si : 0,17 % , S : 0,015 % , P : 0,016 %.

Cet acier est largement hypereutectoïde et sa ferrite est donc entièrement eutectoïde. Par conséquent, pour cet acier l'intervalle de température correspondant à la contraction (Tableau X) est entièrement dû à la transformation eutectoïde.

Tableau X

Vitesse de chauffe en °C/h	150	37,5	2,5	0,12
$\Delta x \text{ mm} \pm 0,1$	2,4	1,9	1,55	1,55
$\Delta T^{\circ}\text{C} \pm 1$	23,2	18,5	15	15

Pour les faibles vitesses cet intervalle, correspondant uniquement à la transformation eutectoïde, se stabilise et devient égal à $15^{\circ}\text{C} \pm 1$. Ceci paraît justifier notre hypothèse que l'intervalle de $11,6^{\circ}\text{C} \pm 1$, trouvé par dilatométrie pour la transformation de toute la ferrite de l'acier à 0,82 % de carbone, correspond à la transformation eutectoïde. Pour l'acier XC 120 cet intervalle est plus grand que pour l'acier à 0,82 % de carbone, compte tenu des erreurs de mesure ; ceci peut provenir du fait que l'acier XC 120 contient plus d'impuretés, en particulier sa teneur en chrome et en manganèse est plus élevée.

V - CONCLUSIONS

Afin d'éviter l'hystérésis dans la détermination des points de transformation dans les solides, nous avons cherché à mettre au point une méthode thermiquement statique basée sur la mesure de la variation de la conductibilité thermique qui résulte de la transformation. Il suffit, en principe, d'enregistrer de façon continue la température le long d'une génératrice d'une éprouvette dont les températures des extrémités encadrent la transformation [courbe $T = f(x)$].

Un essai préliminaire effectué à l'aide de l'appareil de Ranque et Chaussain, après modification de celui-ci pour pouvoir obtenir un enregistrement continu, nous a montré que dans le cas d'une éprouvette composite acier - Al_3Fe - aluminium on décèle avec une grande précision le passage d'un matériau à l'autre. Mais dans ce cas, les conditions sont très favorables du fait de la grande différence de la conductibilité de ces 3 constituants.

Il nous a paru indispensable de concevoir un nouvel appareil, basé sur le même principe que celui de Ranque et Chaussain, mais répondant mieux à des conditions plus générales.

L'appareil que nous avons construit a permis d'éliminer certaines irrégularités de la courbe $T = f(x)$ et d'enregistrer une courbe différentielle $T - T' = g(x)$, ce qui augmente la sensibilité. La mise au point est effectuée avec une éprouvette composite cuivre-nickel.

Nous avons fait ensuite des essais pour déterminer la température de la transformation eutectoïde de l'acier. Nous avons utilisé un acier à 0,82 % de carbone très voisin de la composition eutectoïde. Un premier essai nous a montré que dans l'éprouvette les isothermes sont bien des sections droites. Il est apparu aussi que la transformation ne s'effectue pas à température constante mais dans un domaine de température. Pour mieux étudier ce phénomène nous avons établi le long de l'éprouvette un faible gradient de température ($1,2^\circ C/mm$). Le régime permanent a été maintenu pendant 200 heures avant de faire les enregistrements. L'examen des courbes $T = f(x)$ et $T - T' = g(x)$ révèle une brisure, plus nette sur la deuxième courbe, correspondant à la température $722^\circ C \pm 2,5$.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) K. HONDA - Sci. Rep. Res. Inst. Tohoku Univ., Ser. A, 1, 1949
p. 1-6
- (2) E. HOUDREMONT et O. KRIEMENT - Archiv fur Eisenhüttenwesen,
février 1953, p. 53-68
- (3) P. LEHR - Comptes-rendus - Acad. Sci. France, t. 242, 1956,
p.1172-1175
- (4) J. GARCIA - Revue de l'Aluminium n° 296, 1962, p.327-331
- (5) G. RANQUE, P. HENRY et M. CHAUSSAIN - Revue de Métallurgie,
t.33, 1936, p.602-608
- (6) Physical constants of some commercial steels - Butterworths
Scientific publications, 1953, p.12
- (7) B. KJERRMAN - Transactions of the A.S.S.T., t.9, 1926, p.430-451
- (8) J.H ANDREW, J.E. RIPPON, C.P MILLER, A. WRAGG - Iron and Steel
Institute, N°1, 1920, p.527-612
- (9) A. HULTGREN - Transactions of the A.S.S.T., t.16, 1929, p.227-256
- (10) E. WALLDOW - Journal Iron and Steel Institute, 2, 1930, p.301-341
- (11) I.L. MIRKIN et N.D. DITERICH - Trudy Moskov Inst. Stali, in I.V
Stalina, 18, 1938, p.91-121
- (12) R.H LAUDERDALE et O.E. HARDER - Transactions of the A.S.M., t.27
1939, p.581-607
- (13) G.A. ROBERTS et R.F. MEHL - Transactions of the A.S.M., t.31,
1943, p.613-650
- (14) A.P. GULYAEV et V.M. ZALKIN - Izvest. Akad. Nauk SSR, Otdel.
Tekh. Nauk, N°6, 1955, p.114-118
- (15) A.P. GULYAEV et V.M. ZALKIN - Izvest. Akad. Nauk SSR, Otdel.
Tekh. Nauk, N°7, 1955, p. 93-95
- (16) Yu A. KOCHERZHINSHII - Doklady Akad. Nauk SSR, t.100, N°6,
1955, p.1077-1078
- (17) A. ROSE et W. STRASSBURG - Stahl u. Eisen t.76, n°15, 1956
p.976-983
- (18) G. MOLINDER - Acta Metallurgica, t.4, 1956, p.565-571
- (19) M.M. LABIB, A.A. GOLESTANEH , C. HANDFORD, G. BULLOCK - Journal
of the Iron and Steel Institute, t.185, 1957, p.207-215
- (20) A.A. GOLESTANEH , C. HANDFORD et G. BULLOCK - Journal of the
Iron and Steel Institute, t.188, 1958, p.237-241
- (21) G.T. FOMIN - Izvest. Vysshikh Ucheb. Zavedenii, Chernaya Met.,
n°6, 1958, p.131-139
- (22) H.C.H. CARPENTER et J.M ROBERTSON - Journal Iron and Steel Ins-
titute, t. 127, 1933, p.259-300.

- (23) R.P. SMITH et L.S. DARKEN - Transactions of the Metallurgical Society of AIME, t.215, 1959, p.727-728
- (24) H. de NOLLY et L. VEYRET - Journal Iron and Steel Institute, t.90, 1914, p.165-180
- (25) A. PORTEVIN et P. CHEVENARD - Revue de Métallurgie, 18, 1921, p.428-444
- (26) T. SATO - Techn. Reports of the Tohoku Imp. Univ., 8, 1929, p.27-52
- (27) W.J. FEUERSTEIN et W.K. SMITH - Transactions of the A.S.M., 46, 1954, p.1270-1284
- (28) F.K. TKACHENKO - Zavodsk. Lab., 28, 1962, p.1472-1473
- (29) I.N. KIDIN et A.N. MARSHALKIN - Izvest.Vyssshikh Ucheb. Zavedenii, Chernaya Met, n°3, 1962, p.136-143
- (30) G.T. FOMIN - Zavodsk. Lab., 24, 1958, p.56-57
- (31) G.T. FOMIN - Metalloved. i Termichesk.Obrabotka Metal., 8, 1959, p.54-55
- (32) V.N. GRIDNEV - Prom. Primenenie Tokov Vysokoi Chastoty SB, 1964, p.103-110
- (33) V.N. GRIDNEV, V.N. MINAKOV et V.I. TREFILOV - Dokl. Akad. Nauk SSSR, t.154, N°3, 1964, p.675-678
- (34) J.A. JONES - Journal Iron and Steel Institute, t.107, N°1, 1923 p.439-454
- (35) J.H. ANDREW et H.A. DICKIE - Journal Iron and Steel Institute, 1, 1927, p.647-684
- (36) R.T. HOWARD et M. COHEN - American Institute of Mining and Metallurgical Engineers, Technical Publication N° 2215, Classes C and E, Metals Technology, August 1947
- (37) J.E. HILLIARD et J.W. CAHN - Transactions of the Metallurgical Society of AIME, t. 221, 1961, p.344-352
- (38) Handbook of Chemistry and Physics (45ème Edition)
- (39) R.A. FISCHER - Les Méthodes Statistiques Appliquées à la Recherche Scientifique, 1947, Presses Universitaires de France, Paris
- (40) H.C.H. CARPENTER et J.M. ROBERTSON - Journal Iron and Steel Institute t,125, 1932, p.309-338
- (41) S.S. STEINBERG - Trudy Uralskovo industr. in - ta, N°4, 1937, p 30-35
- (42) K.P. BOUNINE - Teoria i pratika metallurgii, N°2, 1936, p.109-113
- (43) H.C.H. CARPENTER et J.M. ROBERTSON - Journal Iron and Steel Institute t,123, 1931, p.345-394.

DEUXIEME THESE

Propositions données par la Faculté

APPLICATION DES ULTRA-SONS à LA DETERMINATION ET L'ETUDE DES DEFAUTS
DANS LES METAUX ET ALLIAGES

